

การปรับปรุงความสามารถการย่อยติดสีและตกแต่งสำเร็จด้านแบคทีเรียของผ้าฝ้ายด้วย
แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตนาน

นางสาววิชชุดา ยั่งยืน

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2554

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์นี้ยังได้ถูกเก็บรักษาไว้ในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

DYEABILITY IMPROVEMENT AND ANTIBACTERIAL FINISHING OF COTTON FABRIC
BY CATIONIC HYPERBRANCHED POLYAMIDOAMINE-CHITOSAN

Miss Witchooda Yingnakhon

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Applied Polymer Science and Textile Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2011

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การปรับปรุงความสามารถการย่อยติดสีและตกแต่งสำเร็จ
	ด้านแบคทีเรียของผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์
	พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตะซาน
โดย	นางสาววิชชุดา ยั่งยืน
สาขาวิชา	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อุษา แสงวัฒนาโรจน์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริวรรณ กิตติเนาวรัตน์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ไพพวรรณ สันติสุข)

วิชชุดา ยั่งยืนคร : การปรับปรุงความสามารถการย้อมติดสีและตกแต่งสำเร็จด้านแบคทีเรียของผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน. (DYEABILITY IMPROVEMENT AND ANTIBACTERIAL FINISHING OF COTTON FABRIC BY CATIONIC HYPERBRANCHED POLYAMIDOAMINE-CHITOSAN) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : รศ.ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ, 107 หน้า.

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาอิทธิพลของแคตไอออนิกไคโตซาน ต่อความสามารถในการย้อมสีรีแอกทีฟและสมบัติการยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์บนผ้าฝ้าย แคตไอออนิกไคโตซานเตรียมมาจากการดัดแปรไคโตซานด้วยไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน ซึ่งเกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของพอลิแอมิโดแอมีน กับหมู่เอมีนของไคโตซาน ได้เป็นไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน แล้วนำมาควอเทอร์ไนซ์โดยทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับไดเมทิลซัลเฟต ได้เป็นแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน ติดตามการเกิดปฏิกิริยาของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน แต่ละชนิด (G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5) ด้วยเทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี นำไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน มาปรับสภาพและตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้าย โดยวิธีจุ่มอัด-อบแห้ง-อบผนึก พบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน มีค่าความสามารถในการดูดซึมสีย้อมสูงขึ้น 10% (กรณีตกแต่งด้วยแคตไอออนิกไคโตซาน ชนิด G0.5 ที่ 0.996 % add-on) เมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ทั้งนี้เนื่องจากประจุบวกของแคตไอออนิกไคโตซานสามารถดึงดูดประจุลบของสีรีแอกทีฟให้มาเกาะ สำหรับการปรับปรุงสมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียพบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน มีสมบัติในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S. aureus* ได้ดีอันเนื่องมาจากผลของประจุบวกของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน แต่อย่างไรก็ตามผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน ที่ดัดแปรด้วยไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีนที่มีรุ่นสูงขึ้น (ชนิด G2.5) มีประสิทธิภาพยับยั้งแบคทีเรียลดลง เนื่องจากปริมาณสารบนผ้าลดลงดูได้จาก % add-on

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์.....ลายมือชื่อ.....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....

ปีการศึกษา.....2554.....

5272717823 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS : COTTON / CHITOSAN / CATIONIC HYPERBRANCHED POLYAMIDOAMINE /
DYEABILITY / ANTIBACTERIAL

WITCHOODA YINGNAKHON : DYEABILITY IMPROVEMENT AND ANTIBACTERIAL
FINISHING OF COTTON FABRIC BY CATIONIC HYPERBRANCHED POLYAMIDOAMINE-
CHITOSAN. ADVISOR : ASSOC.PROF.KAWEE SRIKULKIT, Ph.D., 107 pp.

The purpose of this project was to study the influence of cationic chitosan on reactive dyeability and antibacterial activity on cotton fabric. Cationic chitosan was prepared by modification of chitosan with hyperbranched polyamidoamine-ester through the reaction of the polyamidoamine methyl ester end group and the chitosan amine group, resulting in hyperbranched polyamidoamine grafted chitosan (PAMAM-CTS). Following that, quaternization of PAMAM-CTS with dimethyl sulphate was carried out to produce cationic PAMAM-CTS. Characterizations including ATR-FTIR analysis and ^1H NMR analysis confirmed that a series of cationic PAMAM-CTS (cat.G-0.5PAMAM-CTS, cat.G0.5PAMAM-CTS, cat.G1.5PAMAM-CTS and cat.G2.5PAMAM-CTS) were successfully prepared. Thus obtained cationic PAMAM-CTS was applied into cotton fabric via pretreatment or aftertreatment processes using pad-dry-cure methods. The cationic PAMAM-CTS pretreated cotton fabric was dyed with a reactive dye in the absence of salt addition and low salt addition in order to investigate the effect of cationic PAMAM-CTS on dyeability enhancement. It was found that the cationic hyperbranched PAMAM-CTS pretreated cotton fabric enhanced the degree of dye exhaustion by 10 % (in case of cat.G0.5PAMAM-CTS at 0.996 % add-on) when compared to untreated fabric. An increase in percent dye exhaustion was due to the ionic interaction between dye anionic group and PAMAM-CTS cationic group. As a result of the presence of cationic moiety on the cotton fabric, it was observed that cationic PAMAM-CTS finished fabrics exhibited a good antimicrobial performance against *S. aureus*, arising from the fact that mode of action was dependent on a highly cationic system that promotes the adsorption, causing cell disruption. However, cationic PAMAM-CTS with higher PAMAM generation (such as G 2.5) was found to exhibit poorer antimicrobial performance as a result of the lowest percent add-on found.

Department : Materials Science Student's Signature

Field of Study : Applied Polymer Science and Textile Technology Advisor's Signature

Academic Year : ...2011.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้อย่างสมบูรณ์เป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางวิชาการ ความเอื้อเฟื้อในด้านเครื่องมือ วัสดุดิบและสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิด้านต่างๆ เป็นอย่างดี ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคล และหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกันดังรายนาม ต่อไปนี้

1. รศ.ดร.กาวิ ศรีภูกลกิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้กำลังใจ ให้คำปรึกษาในการแก้ไขปัญหาและแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ ให้การสนับสนุนด้านเงินทุนในการทำวิจัย รวมถึงการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

2. คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.สิริวรรณ กิตติเนาวรัตน์ รศ.ไพพรรณ สันติสุข และประธานกรรมการ ผศ.ดร.อุษา แสงวัฒนาโรจน์ สำหรับคำแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์ การแก้ไขรูปเล่ม รวมถึงการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

3. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

7. ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง ที่ให้ทุนสนับสนุนในการวิจัย

8. คณาจารย์ เจ้าหน้าที่ เพื่อนๆ และพี่น้องนิสิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา บ่า น้า และขอบคุณน้องสาว ที่ให้การสนับสนุนและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฏ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 ฝ้าย (cotton).....	4
2.1.1 โครงสร้างทางกายภาพ.....	4
2.1.2 โครงสร้างทางเคมี.....	6
2.1.3 สมบัติของเส้นใยฝ้าย.....	6
2.2 สีย้อมที่ฟ (Reactive Dyes).....	8
2.2.1 สีที่ทำปฏิกิริยาแบบแทนที่ (nucleophilic substitution).....	9
2.2.2 สีที่ทำปฏิกิริยาแบบรวมตัว (nucleophilic addition).....	10
2.2.3 สีย้อมที่ฟที่มีหมู่รีแอกทีฟสองหมู่ (Bifunctional reactive dye).....	11
2.2.4 สีย้อมที่ฟที่มีหมู่ควอเทอร์นารีแอมโมเนียม (Quaternary ammonium group).....	11
2.2.5 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซึมของสีเข้าไปในเส้นใย.....	12
2.3 สารต้านเชื้อจุลินทรีย์.....	13

บทที่	หน้า
2.3.1 สมบัติของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์.....	14
2.3.2 กลไกการทำงานของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์.....	15
2.4 ไคตินและไคโตซาน (chitin and chitosan).....	15
2.4.1 ลักษณะทั่วไปของไคติน และไคโตซาน.....	15
2.4.2 กระบวนการผลิตไคตินและไคโตซาน.....	16
2.4.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไคโตซาน.....	18
2.4.4 ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยา.....	19
2.4.5 การประยุกต์ใช้งานของไคตินและไคโตซาน.....	20
2.5 เดนไดรเมอร์ (dendrimers).....	22
2.5.1 การสังเคราะห์ dendrimers.....	23
2.5.2 พอลิแอมิโดแอมีนเดนไดรเมอร์ (PAMAM dendrimers).....	24
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเพิ่มความสามารถการดูดซับสีย้อม และตกแต่ง สำเร็จด้านแบคทีเรียของผ้าฝ้าย.....	28
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	32
3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการวิจัย.....	32
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	33
3.3 ขั้นตอนการทดลอง.....	34
3.4 การสังเคราะห์ไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมีน.....	35
3.4.1 การสังเคราะห์ G-0.5PAMAM.....	35
3.4.2 การสังเคราะห์ G0.0PAMAM.....	35
3.5 การสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมีน.....	36
3.6 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมีน และ แคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมีน.....	37
3.6.1 เทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี.....	37
3.6.2 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี.....	37
3.7 การดัดแปรไคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมีน.....	38
3.8 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน.....	39

บทที่	หน้า
3.8.1 เทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี.....	39
3.8.2 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี.....	39
3.9 การตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยไคโตซาน.....	39
3.10 การตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน-ไคโตซาน.....	40
3.11 การตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน...	41
3.12 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน-ไคโตซาน.....	41
3.12.1 การหาปริมาณสารที่อยู่บนผ้าฝ้าย.....	41
3.12.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM.....	41
3.12.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผ้าฝ้ายด้วยเทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี.....	42
3.12.4 การทดสอบการต้านแบคทีเรีย.....	42
3.13 การปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยไคโตซาน.....	43
3.14 การปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน-ไคโตซาน.....	43
3.15 การย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีแอกทีฟ.....	43
3.16 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน-ไคโตซาน.....	45
3.16.1 การหาร้อยละการดูดซึมของสีย้อม.....	45
3.16.2 การหาค่าความเข้มข้นผ้า.....	45
3.16.3 การทดสอบความคงทนของสีต่อการซัก.....	46
3.16.4 การทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถู.....	47
4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผล.....	49
4.1 การสังเคราะห์ไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน.....	49
4.1.1 การติดตามปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีโดเอมีนด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	52

4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน ด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$	53
4.2 การสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน.....	55
4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์ พอลิเอมิโดแอมีน ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	58
4.2.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์ พอลิเอมิโดแอมีน ด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$	59
4.3 การตัดแปรโคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน.....	60
4.3.1 การติดตามการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของ พอลิเอมิโดแอมีน กับหมู่เอมีนอิสระของโคโตซานด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	61
4.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์ พอลิเอมิโดแอมีน-โคโตซาน ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	62
4.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์ พอลิเอมิโดแอมีน-โคโตซาน ด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$	63
4.4 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วย โคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน-โคโตซาน.....	65
4.4.1 การหาปริมาณสารแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน- โคโตซาน ที่อยู่บนผ้าฝ้าย.....	65
4.4.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM.....	66
4.4.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผ้าฝ้ายด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	67
4.4.4 ศึกษาผลการด้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิก ไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน-โคโตซาน.....	68
4.4.5 ศึกษาผลการด้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิก ไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน.....	75
4.5 ผลการปรับปรุงสภาพผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดแอมีน- โคโตซาน.....	77

4.5.1	ศึกษาความขาวของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน-ไคโตซาน.....	77
4.5.2	ศึกษาความสามารถในการดูดซับสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย และค่าความเข้มข้นผ้าของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน-ไคโตซาน.....	78
4.5.3	การทดสอบความคงทนของสีต่อการซัก.....	82
4.5.4	การทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถู.....	84
5	สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ.....	86
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	86
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	87
	รายการอ้างอิง.....	88
	ภาคผนวก.....	91
	ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	107

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยฝ้าย.....	4
2.2	ประโยชน์ของไคตินและไคโตซาน.....	20
2.3	สมบัติของ PAMAM dendrimers.....	26
3.1	ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ PAMAM รุ่นต่างๆ.....	36
3.2	ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ.....	37
3.3	ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการดัดแปรไคโตซานด้วย cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ.....	39
3.4	ปริมาณเกลือ และต่างของสี Hiclon Red-HE-3B.....	44
4.1	ปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ที่อยู่บนผ้าฝ้าย.....	65
4.2	ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ก่อนซักและหลังซัก.....	68
4.3	ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS.....	70
4.4	ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 1 ครั้ง.....	71
4.5	ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 5 ครั้ง.....	72
4.6	ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS.....	74
4.7	ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ.....	76
4.8	ความขาว และความเหลืองของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ	77
4.9	ความขาว และความเหลืองของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ความเข้มข้นต่างๆ.....	78

ตารางที่	หน้า
4.10 ผลการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย (%E) ที่ผ่านการปรับสภาพด้วย ไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ.....	79
4.11 ผลการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย (%E) ที่ผ่านการปรับสภาพด้วย ไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	80
4.12 ความเข้มสี (K/S) ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ.....	81
4.13 ความเข้มสี (K/S) ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	82
4.14 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการซักของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วย ไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ.....	83
4.15 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการซักของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วย ไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	83
4.16 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถูของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วย ไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ.....	84
4.17 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถูของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วย ไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	85

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	เส้นใยฝ้ายดิบจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ภาคตัดขวาง (ซ้าย) และภาคตัดตามยาว (ขวา).....	4
2.2	โครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยฝ้าย.....	5
2.3	โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส.....	6
2.4	ลักษณะทั่วไปของโครงสร้างของสีย้อมเอกทีฟ.....	8
2.5	การเกิดปฏิกิริยาแบบแทนที่ระหว่างนิวคลีโอไฟล์ (cellulose หรือ OH) กับ สีย้อมเอกทีฟ.....	9
2.6	ปฏิกิริยาการแตกตัวของเซลลูโลสเมื่ออยู่ในน้ำย้อมที่มีภาวะ pH เป็นต่าง.....	10
2.7	ปฏิกิริยาแบบรวมตัวระหว่างนิวคลีโอไฟล์และสีย้อมเอกทีฟชนิด vinylsulphone...	10
2.8	สีย้อมเอกทีฟที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ ชนิดแบบหมู่ฟังก์ชันผสม (สี Sumifix Supra)....	11
2.9	สีย้อมเอกทีฟที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ ชนิดแบบหมู่ฟังก์ชันประเภทเดียวกัน (Procion Red HE-3B).....	11
2.10	การเกิดปฏิกิริยาระหว่างสีควอเทอร์นารีแอมโมเนียมกับเซลลูโลส.....	12
2.11	โครงสร้างทางเคมีของไคติน ไคโตซาน และเซลลูโลส.....	16
2.12	ขั้นตอนการเตรียมไคตินและไคโตซาน.....	17
2.13	โครงสร้างและส่วนประกอบของ dendrimers.....	22
2.14	ประเภทหลักของ macromolecule คือ พอลิเมอร์สังเคราะห์ดั้งเดิม: (I) linear (II) cross-linked (bridged) (III) branched และ (IV) dendritic เป็นพอลิเมอร์ที่ควบคุมโครงสร้าง.....	23
2.15	วิธีการสังเคราะห์แบบ divergent (บน) และวิธีการสังเคราะห์แบบ convergent (ล่าง)	23
2.16	การสังเคราะห์ PAMAM dendrimers ด้วยวิธีการ divergent.....	25
2.17	การคำนวณน้ำหนักโมเลกุลของ dendrimers.....	26
3.1	เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR).....	37
3.2	เครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโทรมิเตอร์รุ่น Bruker DPX-300 ก) ถึงใส่แม่เหล็กของเครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโทรมิเตอร์ ข) หลอดใส่สารตัวอย่าง.....	38

รูปที่	หน้า
3.3	เครื่องจุ่มอัดแบบลูกกลิ้ง (Padder)..... 40
3.4	เครื่องอบแห้ง (Stenter)..... 40
3.5	เครื่องชั่งระบบอินฟราเรด (Infrared moisture determination balance)..... 41
3.6	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron micro scope) 42
3.7	กระบวนการย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีแอกทีฟ..... 44
3.8	เครื่องย้อมสีตัวอย่าง (Dyeing machine)..... 44
3.9	เครื่อง UV-VIS spectrophotometer..... 45
3.10	เครื่องวัดสี (Reflectance spectrophotometer)..... 46
3.11	เครื่องทดสอบความคงทนสีต่อการซักล้าง (Gyrowash)..... 47
3.12	เครื่องทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถู (AATCC Crockmeter)..... 48
4.1	การสังเคราะห์ PAMAM dendrimers ด้วยวิธีการ divergent..... 49
4.2	โครงสร้างของไฮเพอร์-branched พอลิเอมีโดเอมีน (PAMAM-ester)..... 51
4.3	ATR-FTIR สเปกตรัมของ PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เมทิลเอสเทอร์ (G-0.5, G0.5) และ PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เอมีน (G0.0)..... 52
4.4	¹ H NMR สเปกตรัมของ PAMAM-ester (G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5)..... 54
4.5	การสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester..... 55
4.6	โครงสร้างของแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิเอมีโดเอมีน (cationic PAMAM-ester)..... 57
4.7	ATR-FTIR สเปกตรัมของ PAMAM-ester (G-0.5, G1.5) และ cationic PAMAM-ester (cat.G-0.5, cat.G1.5)..... 58
4.8	¹ H NMR สเปกตรัมของ cationic PAMAM-ester (G2.5)..... 59
4.9	ขั้นตอนการดัดแปรไคโตซานด้วย cationic PAMAM-ester..... 60
4.10	ATR-FTIR สเปกตรัมของไคโตซาน (chitosan), PAMAM-ester (G2.5) และ PAMAM-CTS (G2.5-CTS)..... 61
4.11	ATR-FTIR สเปกตรัมของไคโตซาน (chitosan) และ cationic PAMAM-CTS (G-0.5-CTS, G0.5-CTS, G1.5-CTS และ G2.5-CTS)..... 63
4.12	¹ H NMR สเปกตรัมของไคโตซาน (chitosan) และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS.... 64

รูปที่	หน้า	
4.13	ภาพถ่าย SEM (ก) ผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ (ข) ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยไคโตซาน (ค), (ง), (จ) และ (ฉ) ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วย cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS, cat.(G1.5)PAMAM-CTS, และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS ตามลำดับ.....	66
4.14	ATR-FTIR สเปกตรัมของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วย cationic PAMAM-ester (G0.5) และ cationic PAMAM-CTS (G0.5-CTS).....	67
4.15	แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย <i>S. aureus</i> ของผ้าที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ก่อนซัก.....	71
4.16	แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย <i>S. aureus</i> ของผ้าที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 1 ครั้ง.....	72
4.17	แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย <i>S. aureus</i> ของผ้าที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 5 ครั้ง.....	73
4.18	แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย <i>S. aureus</i> ของผ้าที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS.....	75
4.19	แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย <i>S. aureus</i> ของผ้าที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester.....	77

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ

ในปัจจุบันคนส่วนใหญ่ได้ตระหนักถึงเรื่องสุขภาพและความปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อมมากขึ้น การเลือกซื้อผลิตภัณฑ์ในการอุปโภคบริโภคจึงเป็นสิ่งสำคัญ รวมถึงผลิตภัณฑ์สิ่งทอที่เราใช้สวมใส่ โดยเสื้อผ้าที่ผลิตจากเส้นใยฝ้ายได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากฝ้ายเป็นเส้นใยธรรมชาติที่เป็นมิตรทั้งต่อผู้บริโภคและสภาพแวดล้อม และสมบัติของผ้าฝ้ายที่สวมใส่สบายสามารถดูดซับเหงื่อและระบายความร้อนได้ดี แต่อย่างไรก็ตามผลิตภัณฑ์สิ่งทอจากผ้าฝ้าย นับเป็นแหล่งอาศัยของเชื้อจุลินทรีย์ชนิดต่างๆ ได้เป็นอย่างดี เมื่อเจอกับสภาพอากาศที่ค่อนข้างร้อน เสื้อผ้าจึงเปียกเหนียวโคลได้ง่าย เมื่อแบคทีเรียรวมตัวกับความชื้นจากเหงื่อ ที่มีอุณหภูมิ ความชื้น และแหล่งอาหารที่เหมาะสม ทำให้เป็นสาเหตุหลักของการเกิดปัญหากลิ่นอับชื้น จุดต่างดำนบนเส้นใย และอาจนำมาซึ่งโรคที่เป็นอันตรายต่อผู้สวมใส่ ด้วยเหตุนี้จึงมีการคิดค้นและพัฒนาผลิตภัณฑ์สิ่งทอให้มีสารต้านแบคทีเรียเพื่อประสิทธิภาพในการฆ่าหรือยับยั้งการเจริญของแบคทีเรีย [1] เพื่อลดปัญหาดังกล่าวข้างต้นได้

ในการตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายให้มีสมบัติต้านแบคทีเรียสามารถใช้ไคโตซาน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพสกัดได้จากเปลือกกุ้ง เปลือกปู และแกนปลาหมึก โครงสร้างของไคโตซานประกอบด้วยหมู่เอมีนอิสระ เมื่อไคโตซานถูกละลายในสารละลายกรดอินทรีย์ เช่นกรดแอสติก หมู่อะมิโนจะกลายเป็นหมู่แอมโมเนียมที่แสดงประจุบวก ($-NH_3^+$) ซึ่งสามารถยึดเกาะกับผนังเซลล์ของแบคทีเรีย ทำให้ไปรบกวนกระบวนการเมแทบอลิซึมของแบคทีเรีย โดยไคโตซานจะไปจับกับดีเอ็นเอบนผิวของแบคทีเรียส่งผลทำให้การสังเคราะห์ mRNA ถูกยับยั้ง และในที่สุดแบคทีเรียจะไม่สามารถสร้างโปรตีนได้ จนทำให้เซลล์ตายได้ในที่สุด [2] จึงมีฤทธิ์ยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียได้ นอกจากนี้ประจุบวกของไคโตซานยังสามารถดึงดูดสารพวกประจุลบอย่างสีรีแอกทีฟให้เข้ามาเกาะกับประจุบวกของไคโตซาน ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการติดสีของเส้นใยเซลลูโลส ทำให้สามารถช่วยลดปริมาณสีและสารเคมีที่ใช้ในการย้อม ลดผลกระทบต่อระบบนิเวศวิทยาได้

นอกจากผ้าฝ้ายไม่ทนต่อเชื้อราและแบคทีเรียแล้ว ผ้าฝ้ายที่ย้อมด้วยสีรีแอกทีฟยังมีปัญหาสีไฮโดรไลซ์ (hydrolyzed dye) [3] ที่เกาะติดอยู่กับเส้นใยแบบหลวมๆ ซึ่งในกระบวนการผลิตนั้นต้องทำการซักล้างซ้ำหลายๆ ครั้ง ดังนั้นเพื่อกำจัดสีไฮโดรไลซ์ออกจากเส้นใย จนสมบูรณ์นั้นจำเป็นต้องใช้น้ำในปริมาณมาก จึงเป็นสาเหตุของสีย้อมตกค้างในน้ำเสียในปริมาณ

สูงโดยเฉลี่ยประมาณร้อยละ 10-40 ขึ้นอยู่กับชนิดของสี แต่สีรีแอกทีฟก็ยังคงได้รับความนิยมในการย้อมเส้นใยฝ้าย ซึ่งเป็นเส้นใยเซลลูโลส เนื่องจากมีเฉดสีหลากหลาย สีสดใส วิธีการย้อมทำได้ง่าย และมีสมบัติความคงทนต่อการซักล้างสูง

การพัฒนากระบวนการย้อมสีรีแอกทีฟได้มีการศึกษาวิจัยอย่างต่อเนื่อง ทั้งการพัฒนาเครื่องย้อมให้มีประสิทธิภาพสูงใช้น้ำในการย้อมปริมาณน้อย แต่พบปัญหาคือน้ำย้อมสัมผัสกับวัสดุย้อมได้ไม่ทั่วถึงทำให้เกิดปัญหาการย้อมไม่สม่ำเสมอได้ง่าย หรือปัญหาความเข้มข้นของสีในน้ำย้อมสูงเกินไปทำให้สีเกิดการตกตะกอน นอกจากนี้การพัฒนาศีย้อมให้มีความสามารถในการดูดซึมเข้าไปในเส้นใยสูง และสามารถผนึกติดกับเส้นใยได้สูงทำให้สามารถลดการใช้สีลง เช่นสีรีแอกทีฟที่มีหมู่ทำปฏิกิริยากับเส้นใยได้ 2 หมู่ในโมเลกุลเดียวกัน แต่สีกลุ่มนี้ก็ยังคงมีปัญหาเรื่องสีไฮโดรไลซ์ในระดับหนึ่ง อีกทางเลือกหนึ่งในการปรับปรุงประสิทธิภาพการดูดซึมสีย้อมคือการตัดแปรโครงสร้างเส้นใยเซลลูโลสเพื่อให้มีหมู่ที่เพิ่มการดูดซับสีย้อมเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสามารถช่วยลดการใช้สารช่วยย้อมสีรีแอกทีฟทั้งเกลือ (อิเล็กโทรไลต์) และด่างได้ สารตัดแปรเพื่อเพิ่มความสามารถให้เส้นใยเซลลูโลสดูดซับสีรีแอกทีฟอยู่ในกลุ่มสารที่มีหมู่ควอเทอร์นารีแอมโมเนียม (quaternary ammonium) อยู่ในโครงสร้าง อย่างไรก็ตามผลเสียที่ตามมาคือปัญหาการย้อมติดผิว (surface dyeing) [4]

จากงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการนำเอาโคโคไตซาน มาทำการตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายให้มีสมบัติต้านแบคทีเรีย พบว่าปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียของโคโคไตซาน ได้แก่ ความเป็นกรด-ด่าง ความเข้มข้น น้ำหนักโมเลกุล ร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิลของโคโคไตซานและชนิดของแบคทีเรียที่ใช้ทดสอบ นอกจากนี้ยังได้มีการนำโคโคไตซานมาช่วยในการย้อม เช่น เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีแอกทีฟ จากผลการทดลองพบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยโคโคไตซานสามารถดูดซึมสีรีแอกทีฟได้ดีขึ้นมากกว่าผ้าที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ [5] โดยประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียจะเพิ่มขึ้นเมื่อน้ำหนักโมเลกุลและร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิลเพิ่มขึ้น [2] และความเป็นประจุบวกเพิ่มขึ้น ในขณะที่พบว่าโคโคไตซานในรูปเอมีนอิสระมีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดีมาก ในทางตรงกันข้ามโคโคไตซานประจุบวก ($-NH_3^+$) มีประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรียได้ดีมาก ในทำนองเดียวกันโคโคไตซานประจุบวกมีลักษณะที่สามารถดูดซึมสีย้อมประจุลบเช่นสีรีแอกทีฟได้ดี ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงสนใจที่จะพัฒนาโคโคไตซานให้มีประจุบวก เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพให้โคโคไตซานเป็นสารที่มีสมบัติยับยั้งแบคทีเรียประสิทธิภาพสูง และอีกการประยุกต์หนึ่งคือ ยังสามารถนำไปเป็นสารช่วยเพิ่มความสามารถในการดูดซึมสีย้อมสีรีแอกทีฟได้ด้วย อย่างไรก็ตามการนำโคโคไตซานมาเคลือบบนเซลลูโลส ทำให้ผ้าฝ้ายมีสัมผัสหยาบกระด้าง

เนื่องจากไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจึงเกิดเป็นแผ่นฟิล์มเคลือบอยู่บนผิวของเส้นใยและเมื่อทำการย้อมจึงทำให้สีย้อมสะสมอยู่ที่ผิวเส้นใยทำให้สมบัติต่างๆ ของสีย้อมลดลง เช่น เหนดสีไม่สดใส ความคงทนต่อการซักถูและต่อการซักล้างลดลง อย่างไรก็ตามวิธีการแก้ปัญหา นี้คือ การเลือกใช้ไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำมาใช้ตัดแปรแทนไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลสูง

งานวิจัยนี้จึงมีจุดประสงค์ในการสังเคราะห์ไคโตซานประจุบวกโดยนำไคโตซานมาตัดแปรให้เป็นแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน แล้วนำมาใช้ตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายให้มีสมบัติยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย นอกจากนี้ยังนำแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน มาปรับสภาพผ้าฝ้ายเพื่อเพิ่มสมบัติการดูดซับสีย้อมรีแอกทีฟและเพิ่มประสิทธิภาพการฟอกสีรีแอกทีฟอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน และใช้ในการตัดแปรไคโตซาน
2. ศึกษาวิธีการปรับสภาพและตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน
3. ศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน และความคงทนต่อการซักล้าง
4. ศึกษาความสามารถในการย้อมติดสีรีแอกทีฟของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน และสมบัติความคงทนสี

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

ขอบเขตของการวิจัย คือ สังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีนเพื่อใช้ในการตัดแปรไคโตซาน และนำมาตกแต่งสำเร็จและปรับสภาพผ้าฝ้าย เพื่อศึกษาสมบัติต้านแบคทีเรีย และความสามารถในการย้อมติดสีรีแอกทีฟ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน มีสมบัติยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรียได้ดีเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ได้ตกแต่งสำเร็จ และดีกว่าไคโตซาน นอกจากนี้ผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน มีสมบัติการดูดซับสีรีแอกทีฟได้ดีขึ้นและลดการเกิดปัญหาสีไฮโดรไลซ์ได้อีกด้วย

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ฝ้าย (cotton) [6, 7]

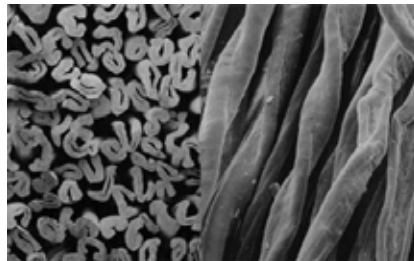
ฝ้ายเป็นเส้นใยธรรมชาติที่ได้จากดอกของต้นฝ้าย เส้นใยฝ้ายดิบที่ผ่านการแยกเมล็ดและกำจัดสิ่งสกปรกออกประกอบด้วยเซลลูโลสประมาณ 95% องค์ประกอบของเส้นใยฝ้ายดิบที่แห้งแสดงไว้ดังตารางที่ 2.1 เส้นใยฝ้ายเป็นวัตถุดิบที่มีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมสิ่งทอ เช่นเดียวกับกับเส้นใยเซลลูโลสอื่นๆ ในโลก ที่ใช้ในการผลิตสินค้าเครื่องแต่งกาย ตกแต่งบ้าน และ อุตสาหกรรม ในปี ค.ศ.2004 พบว่าทั่วโลกมีการบริโภคเส้นใยฝ้ายสูงถึง 40%

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยฝ้าย [7]

องค์ประกอบ	ส่วนประกอบที่สำคัญ (เปอร์เซ็นต์)	
	เส้นใยฝ้าย	เยื่อหุ้มชั้นนอก
เซลลูโลส	88-96	52
เพกติน	0.7-1.2	12
ซีผึ้งและน้ำมัน	0.4-1.0	7
โปรตีน	1.1-1.9	12
อินทรีย์วัตถุอื่นๆ	0.5-1.0	14
เถ้า	0.7-1.6	3

2.1.1 โครงสร้างทางกายภาพ

โดยทางกายภาพฝ้ายเป็นเส้นใยสั้นมีลักษณะภายนอกที่หยาบ จากกล้องจุลทรรศน์รูปภาคตัดตามยาวของเส้นใยฝ้ายมีลักษณะคล้ายริบบิ้นแบนๆ ปิดเกลียวตลอดเส้นใย ภาคตัดขวางมีลักษณะคล้ายเม็ดถั่วที่มีท่อกลางกลวงซึ่งเคยเป็นท่อส่งน้ำ (lumen) ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 เส้นใยฝ้ายดิบจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ภาคตัดขวาง (ซ้าย) และภาคตัดตามยาว (ขวา) [3]

ถ้าขยายภาคตัดขวางให้ละเอียดเพิ่มมากขึ้นพบว่าเส้นใยฝ้ายแบ่งออกเป็นชั้น 4 ส่วนคือ เยื่อหุ้มชั้นนอก ผนังเซลล์ชั้นนอก ผนังเซลล์ชั้นใน และลูเมน ดังรูปที่ 2.2

2.1.1.1 เยื่อหุ้มชั้นนอก (cuticle)

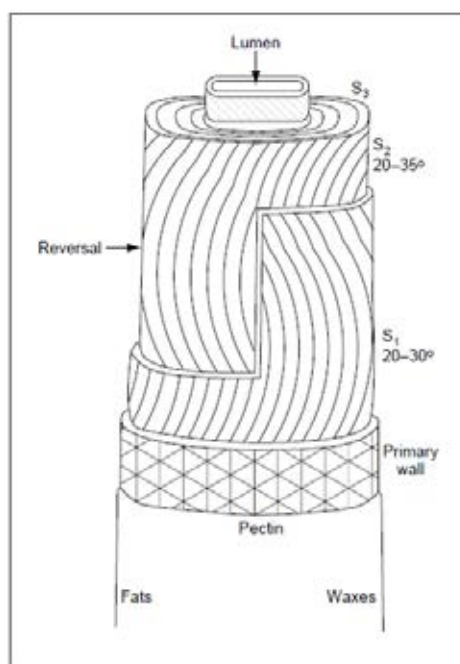
เยื่อหุ้มชั้นนอกเป็นเยื่อหุ้มบางๆ หุ้มภายนอกเส้นใยทั้งหมด ทำหน้าที่ป้องกันเส้นใย ประกอบด้วยขี้ผึ้ง เพกติน และธาตุอื่นๆ ซึ่งชั้นนี้จะต้องถูกกำจัดออกให้หมดในขั้นตอนการเตรียมการย้อม ถ้ากำจัดออกไม่หมดจะทำให้การดูดซึมของน้ำไม่ดี และมีผลต่อความสม่ำเสมอของสีย้อม

2.1.1.2 ผนังเซลล์ชั้นนอก (primary wall)

ผนังเซลล์ชั้นนอกมีความหนาประมาณ 200 นาโนเมตร ประกอบด้วยเส้นใยเซลลูโลสเล็กๆ (fibrils) ขนาดประมาณ 20 นาโนเมตร มีการจัดเรียงตัวเป็นเกลียวตามความยาวของเส้นใย

2.1.1.3 ผนังเซลล์ชั้นใน (secondary wall)

ผนังเซลล์ชั้นในอยู่ติดกับผนังชั้นนอก ประกอบด้วยเส้นใยเซลลูโลสเล็กๆ (fibrils) เรียงตัวกันแบบเป็นเกลียวรอบแกนเส้นใยทิศทางของเกลียวจะหมุนคนละทางในแต่ละชั้นเหมือน S กับ Z แต่ละชั้นหนาประมาณ 20 นาโนเมตร ผนังเซลล์ชั้นในประกอบด้วยชั้นหลัก 3 ชั้น (S_1 , S_2 และ S_3)



รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยฝ้าย [3]

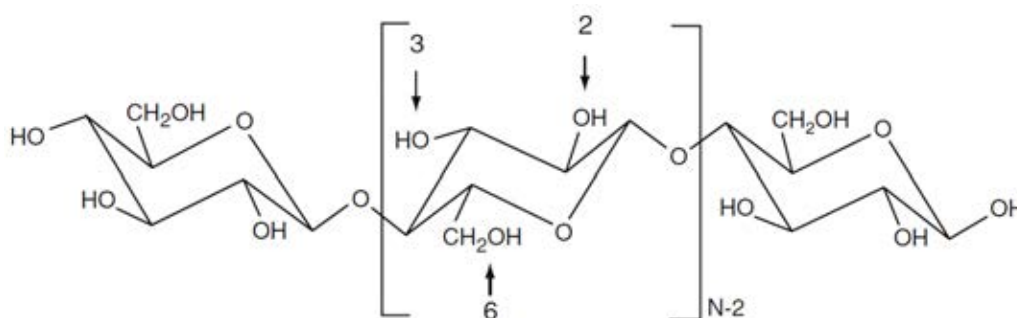
ผนังชั้นนอกและผนังชั้นใน จะมีใยเรียงตัวกันเป็นวงแหวนล้อมรอบลูเมนซึ่งอยู่ตรงกลาง วงแหวนนี้แสดงอายุของเส้นใย ฝ่ายที่แก่จะมีผนังชั้นในหนา

2.1.1.4 ลูเมน (lumen)

ลูเมนคือช่องว่างตรงกลางภายในเซลล์มีลักษณะเป็นโพรง ทำหน้าที่เป็นท่อลำเลียงน้ำและอาหาร เมื่อเมล็ดฝ้ายแตกออก น้ำภายในลูเมนระเหยออกมา ภาคตัดขวางของเส้นใยจากที่เป็นวงกลม เปลี่ยนเป็นรูปเมล็ดถั่วที่มีรูกลวงตรงกลาง และเส้นใยแบนลงและบิดเป็นเกลียวตลอดความยาวของเส้นใย

2.1.2 โครงสร้างทางเคมี

โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยฝ้ายเป็นเซลลูโลส พอลิเมอร์ของเส้นใยฝ้ายเป็นพอลิเมอร์เชิงเส้นที่ประกอบด้วยหน่วยซ้ำของ β -D-glucopyranose เชื่อมต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิก (glycosidic bond หรือ β -(1 \rightarrow 4) linked glucan) ดังรูปที่ 2.3 มีสูตรทั่วไปคือ $(C_6H_{10}O_5)_n$ หมู่เคมีที่สำคัญของเซลลูโลสได้แก่ หมู่ไฮดรอกซิลทุติยภูมิ (secondary hydroxyl, -OH) ตรงคาร์บอนตำแหน่งที่ 2 และ 3 และหมู่ไฮดรอกซิลปฐมภูมิ (primary hydroxyl, -CH₂OH) ตรงคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 โดยหมู่ไฮดรอกซิลปฐมภูมิ เป็นหมู่ที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาเคมีได้ดีกว่า เซลลูโลสจะเรียงตัวขนานกันและเชื่อมยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจน



รูปที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส

2.1.3 สมบัติของเส้นใยฝ้าย [8]

2.1.3.1 สมบัติทางกายภาพ

1. ลักษณะภายนอก ภาคตัดตามยาวของเส้นใยฝ้ายมีลักษณะคล้ายหลอดแบน บิดเกลียวตลอดเส้นใย ภาคตัดขวางมีลักษณะคล้ายเมล็ดถั่วตรงกลางมีรู ผิวเส้นใยไม่เรียบและทึบแสง

2. ความยาวเส้นใย มีความยาวอยู่ในช่วง 3-63 ม.ม. (ขึ้นอยู่กับภูมิอากาศและแหล่งที่ปลูก) โดยทั่วไปฝ้ายยาวมีความแข็งแรงดีกว่าฝ้ายสั้น
3. สี ปกติฝ้ายมีสีขาว บางชนิดอาจพบเป็นสีครีมหรือสีน้ำตาล
4. ความมัน โดยธรรมชาติฝ้ายมีความเงามันน้อย ยกเว้นที่ผ่านการชุบมันในต่างเส้นใยจะพองกลม ทำให้มีความเงามันเพิ่มขึ้น
5. ความแข็งแรง มีความแข็งแรงปานกลาง ความทนแรงดึง ณ จุดขาดประมาณ 3.0-5.0 กรัมต่อดีเนียร์ และความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้นร้อยละ 10-20 เมื่อวัชณะเปียก ฝ้ายที่ผ่านการชุบมัน (mercerization) ความแข็งแรงจะสูงขึ้น โดยทั่วไปความแข็งแรงของฝ้ายแปรโดยตรงกับความยาวของเส้นใย
6. การยืดตัว เกลี่ยวฝ้ายที่เกิดตามธรรมชาติทำให้มีการยืดตัวที่ดีและนำมาปั่นเป็นด้ายได้ง่าย สามารถยืดตัวได้ประมาณร้อยละ 3-7
7. การคืนตัวจากแรงอัด ฝ้ายมีความสามารถในการคืนตัวภายหลังที่ถูกกดทับได้ต่ำ เกิดการยับได้ง่าย
8. การดูดซึ่มความชื้น ที่ภาวะมาตรฐานอุณหภูมิ 21 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 65 ฝ้ายมีความสามารถในการดูดซึ่มความชื้นได้สูงถึงร้อยละ 7-10
9. ความร้อน ทนต่อความร้อนได้ดี
10. ความถ่วงจำเพาะ 1.5

2.1.3.2 สมบัติทางเคมี

1. กรดอินทรีย์ เช่น กรดแอสติกไม่เป็นอันตรายต่อฝ้าย แต่กรดอินทรีย์ทั่วไปเป็นอันตรายต่อเส้นใยเซลลูโลส เช่น กรดซัลฟูริก และที่อุณหภูมิสูงขึ้นปฏิกิริยาจะเกิดเร็วขึ้น
2. ต่าง ฝ้ายทนต่อสารละลายต่างได้ดี นอกจากนั้นแล้วต่างเป็นสารเคมีหลักในการทำชุบมันทำให้ฝ้ายมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น
3. สารอินทรีย์ ฝ้ายสามารถซักแห้งได้ เนื่องจากมีความทนทานต่อสารอินทรีย์ส่วนใหญ่ได้ดีมาก
4. สารซักฟอก ฝ้ายมีความคงทนต่อสารซักฟอกดีมาก แต่สารซักฟอกที่ออกซิไดส์รุนแรง เช่น โซเดียมไฮโปคลอไรต์ และโซเดียมไฮโปคลอไรด์ มีผลทำให้ฝ้ายเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไปอยู่ในรูปของ ออกซีเซลลูโลส (oxycellulose) ทำให้ฝ้ายขาดง่ายเมื่อเปียก และเปลี่ยนเป็นสีเหลือง
5. ราและแมลง ขึ้นเชื้อราได้ง่าย แมลงชอบกัดกินเส้นใยโดยเฉพาะฝ้ายที่ลงแป้ง

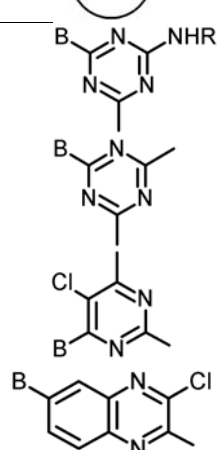
6. แสง ทนต่อแสงแดดได้ดี แต่ไม่ควรปล่อยให้ถูกแสงเป็นระยะเวลานานติดต่อกัน จะทำให้เซลลูโลสถูกออกซิไดส์ ความเหนียวของฝ้ายลดลงได้

7. การย้อมสี สามารถรับสีย้อมได้หลายชนิด เช่น สีรีแอคทีฟ สีแวต และ สีไดเรกท์

2.2 สีรีแอคทีฟ (Reactive Dyes) [9]

สีรีแอคทีฟ (reactive dyes) เป็นสีย้อมที่สามารถทำปฏิกิริยากับเซลลูโลส โดยสีมีสมบัติในการละลายน้ำได้ดี และเมื่อละลายน้ำแล้วตัวสีจะให้ประจุลบ สีจะเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ของเส้นใยเซลลูโลสเมื่ออยู่ในภาวะต่าง เกิดพันธะโควาเลนต์ (covalent) จึงทำให้ค่าความคงทนต่อการซักล้างดี ในปัจจุบันสิ่งทอที่ทำจากเซลลูโลสเกือบทั้งหมดจะย้อมด้วยสีรีแอคทีฟเป็นส่วนใหญ่ เนื่องจากสีรีแอคทีฟมีเฉดสีหลากหลาย สีสดใส วิธีการย้อมทำได้ง่าย และมีสมบัติความคงทนต่อการซักล้างสูง

ลักษณะทั่วไปของโครงสร้างของสีรีแอคทีฟ จะประกอบด้วย 5 องค์ประกอบใหญ่ๆ ดังรูปที่ 2.4

Solubilizing Group	Chromophore	Linking Bridge	Electrophilic Group	Leaving Group
SO_3^-	SO_3^- A	B	X	Y
$-\text{SO}_3^-$	Azo Azo Metal Complex (Cu, Ni) Anthraquinone Phthalocyanine	$-\text{NH}-$ $-\text{CH}_2-\text{N}-$ CH_3 $-\text{NH}-\text{C}-$ O $-\text{NH}-\text{SO}_2-$		F^- Cl^- Br^- OSO_3^-

รูปที่ 2.4 ลักษณะทั่วไปของโครงสร้างของสีรีแอคทีฟ [1]

SO_3^- = หมู่ซัลโฟนิค แอซิด (sulfonic acid group) เป็นหมู่ช่วยให้สีละลายน้ำได้

A = ส่วนให้สี

B = ส่วนเชื่อมต่อระหว่างส่วนให้สีกับส่วนทำปฏิกิริยา

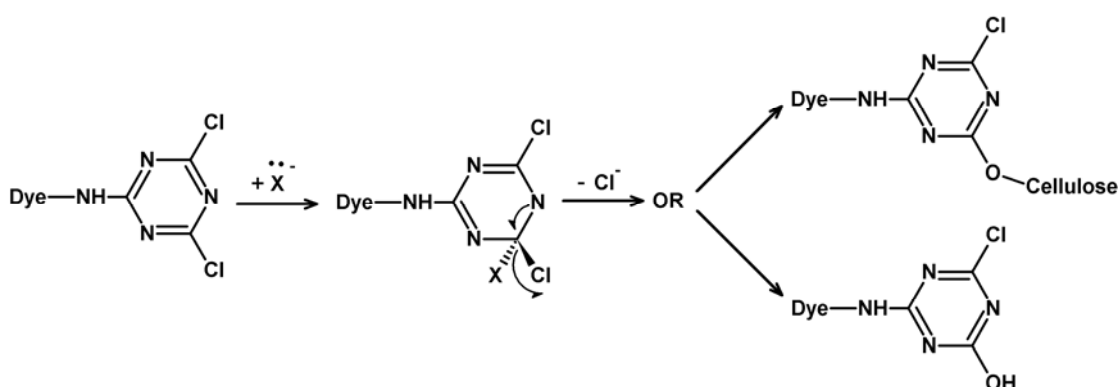
- X = หมู่ทำปฏิกิริยา เป็นพวกที่โมเลกุลมีตำแหน่งขาดอิเล็กตรอน
 Y = หมู่ที่จะหลุดออก (halogen, sulfate หรือ methanesulfonate)

ส่วนสำคัญที่สุดของสีรีแอกทีฟก็คือส่วนที่ทำปฏิกิริยาของสี หรือหมู่ว่องไวในการทำปฏิกิริยา เพราะว่าสีจะเกาะติดอยู่กับเส้นใยได้มากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับความสามารถในการทำปฏิกิริยาของหมู่นี้

สีรีแอกทีฟที่ทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสภายใต้ภาวะต่างแบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่ม [10]

2.2.1 สีที่ทำปฏิกิริยาแบบแทนที่ (nucleophilic substitution)

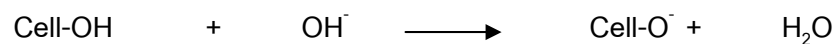
เคมีของหมู่ว่องไวในการทำปฏิกิริยาเป็นพวกเฮตเทอโรไซคลิก (heterocyclic) ที่มีอะตอมคาร์บอนกับอะตอมไนโตรเจนสลับกันอยู่ในวงแหวนเฮโรแมติก (triazines, pyrimidines, quinoxalines และ benzothiazoles) โดยมีหมู่ข้างเคียง (side group) เป็นพวกอะตอมฮาโลเจน (halogen) เช่น คลอไรด์ หรือ ฟลูออไรด์ สมบัติของวงแหวนเฮตเทอโรไซคลิก คืออิเล็กตรอนที่อยู่ในวงแหวนจะเกิดโพลาไรเซชัน (polarisation) ทำให้อะตอมคาร์บอนแสดงการขาดอิเล็กตรอน (electron deficiency) เนื่องจากอะตอมไนโตรเจนและอะตอมฮาโลเจนที่เกาะอยู่รอบๆ อะตอมคาร์บอนเป็นพวกชอบดึงดูอิเล็กตรอนเข้าหาตัวเอง (electron withdrawing) ทั้งคู่ จึงยิ่งไปกระตุ้นให้อะตอมคาร์บอนขาดอิเล็กตรอนมากขึ้น จึงเป็นการง่ายที่นิวคลีโอไฟล์ (nucleophile) ซึ่งชอบเข้าไปจับกับอะตอมตรงที่ขาดอิเล็กตรอนจะเข้าไปทำปฏิกิริยาแบบแทนที่ที่ตำแหน่งอะตอมคาร์บอน เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดลงอะตอมฮาโลเจนจะหลุดออกมาดังปฏิกิริยาในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 การเกิดปฏิกิริยาแบบแทนที่ระหว่างนิวคลีโอไฟล์ (cellulose⁻ หรือ OH⁻) กับสีรีแอกทีฟ

โดย X⁻ เป็นตัวแทนของนิวคลีโอไฟล์ (cellulose⁻ หรือ OH⁻) จากสมการเคมีเห็นได้ว่าเราสามารถย้อมเซลลูโลสด้วยสีรีแอกทีฟได้ โดยในทางปฏิบัติจำเป็นต้องอาศัยต่างเป็นตัวช่วย

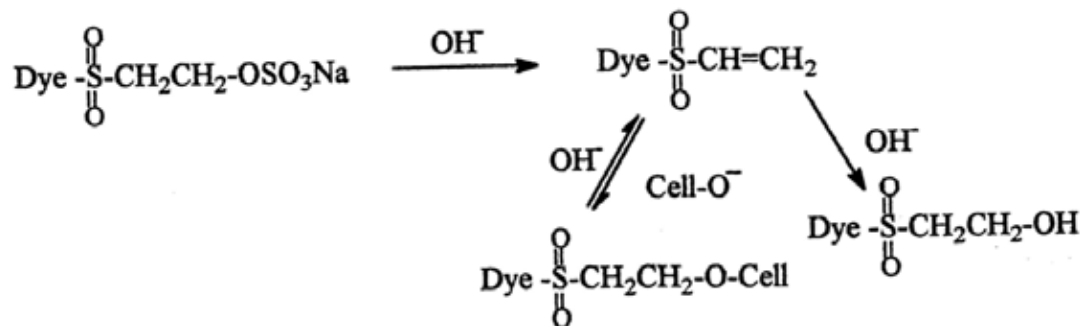
เปลี่ยนเซลลูโลสให้อยู่ในรูปประจุลบ cellulose anion (Cell-O⁻) ซึ่งเป็นนิวคลีโอไฟล์ที่ดีพร้อมจะ ทำปฏิกิริยากับสีรีแอกทีฟต่อไป (ปฏิกิริยาในรูปที่ 2.6) โดยต่างที่นิยมใช้คือ โซเดียมคาร์บอเนต โซเดียมไบคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ขึ้นอยู่กับความว่องไวต่อปฏิกิริยาของสีที่ใช้ พันธะ ที่เกิดขึ้นหลังจากสีทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสคือ พันธะโควาเลนต์ ซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรงทำให้ความ คงทนต่อการซักล้างของสีดีกว่าสีไดเรกต์



รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาการแตกตัวของเซลลูโลสเมื่ออยู่ในน้ำย้อมที่มีภาวะ pH เป็นต่าง

2.2.2 สีที่ทำปฏิกิริยาแบบรวมตัว (nucleophilic addition)

หมู่รีแอกทีฟของสีประเภทนี้จะเป็นพวก β -sulphatoethyl sulphonyl precursor เมื่ออยู่ในสารละลาย pH เป็นต่างหมู่นี้จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของ vinylsulphone ในระบบนี้หมู่ พันธะคู่วินิล (vinyl double bond) สามารถเกิดโพลาริเซชันจากการเหนี่ยวนำโดยหมู่ซัลโฟน (sulphone group) ผลจากการเกิดโพลาริเซชันนี้จะทำให้อะตอมคาร์บอนของหมู่พันธะคู่วินิลตัว ที่อยู่นอกสุดแสดงการขาดอิเล็กตรอน ดังนั้นจึงพร้อมที่จะใช้อิเล็กตรอนร่วมกับนิวคลีโอไฟล์ เช่น เซลลูโลสไอออน เกิดปฏิกิริยาการรวมตัวกับสีได้ ดังรูปที่ 2.7



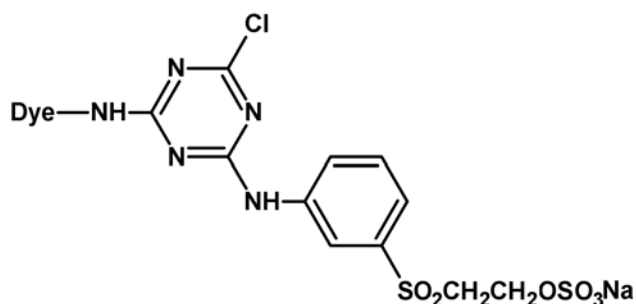
รูปที่ 2.7 ปฏิกิริยาแบบรวมตัวระหว่างนิวคลีโอไฟล์และสีรีแอกทีฟชนิด vinylsulphone

ข้อเสียของสีรีแอกทีฟอันเนื่องมาจากการเติมต่างเป็นตัวช่วยให้เซลลูโลสทำ ปฏิกิริยากับสีย้อม คือต่างจะทำให้ น้ำ (H₂O) เกิดการแตกตัวให้หมู่ไฮดรอกซิล (OH⁻) หมู่ไฮดรอกซิล ที่เกิดขึ้นภายในเส้นใยจะไปทำปฏิกิริยาแบบแข่งขันกับเซลลูโลสไอออน เป็นเหตุให้สีบางส่วนหมด สภาพที่จะทำปฏิกิริยากับเส้นใยอีกต่อไป เรียกสีที่หมดสภาพว่าสีไฮโดรไลซ์ (hydrolysed dye) ซึ่ง จำเป็นที่จะต้องกำจัดออกไปเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการย้อมเพื่อป้องกันไม่เกิดปัญหาสีตก (staining) แต่การกำจัดเอาสีไฮโดรไลซ์ออกจากเส้นใยเซลลูโลสจำเป็นต้องใช้น้ำและพลังงานสูง ทำให้เกิด ปัญหาที่สิ่งแวดล้อมถ้าปล่อยสีไฮโดรไลซ์ลงไปแหล่งน้ำธรรมชาติโดยไม่ได้ผ่านกระบวนการ

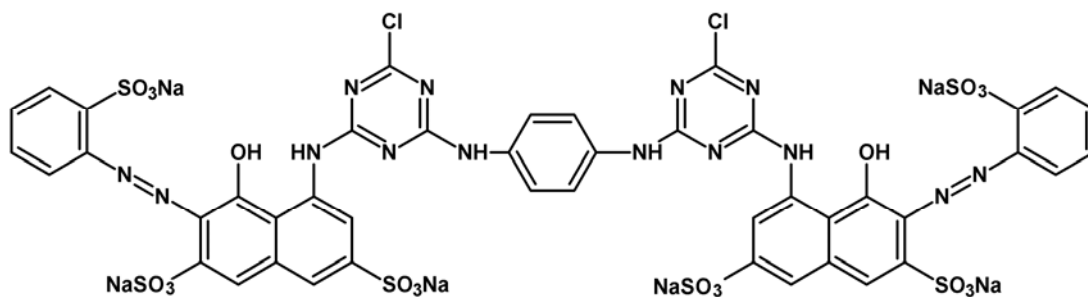
บำบัดที่ดี จากปัญหาของสีไฮโดรไลซ์ทำให้มีการพัฒนาสีรีแอกทีฟที่มีความสามารถในการทำปฏิกิริยาสูงขึ้น เช่น สีรีแอกทีฟที่มีหมู่รีแอกทีฟสองหมู่ และสีรีแอกทีฟที่มีหมู่ควอเทอร์นารีแอมโมเนียม

2.2.3 สีรีแอกทีฟที่มีหมู่รีแอกทีฟสองหมู่ (Bifunctional reactive dye)

เนื่องจากความต้องการที่จะได้สีที่มีคุณภาพดีขึ้นกว่าเดิมและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม จึงได้มีการพัฒนาสีตัวใหม่ตลอดเวลา สีรีแอกทีฟที่ได้รับความนิยมมากที่สุด คือสีย้อมที่มีหมู่รีแอกทีฟสองหมู่ ลักษณะพิเศษของสีประเภทนี้คือจะมีหมู่ทำปฏิกิริยาอยู่ 2 หมู่ในสีตัวเดียวกัน โดยอาจจะเป็นหมู่ที่เหมือนกันเช่น bis-sulphatoethylsulphone หรือ bis-triazinyl หรือหมู่ผสมระหว่าง sulphatoethylsulphone และ triazinyl ตัวอย่างสูตรโครงสร้างอย่างง่ายของสีรีแอกทีฟที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ ดังรูปที่ 2.8 และ 2.9



รูปที่ 2.8 สีรีแอกทีฟที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ ชนิดแบบหมู่ฟังก์ชันผสม (สี Sumifix Supra)

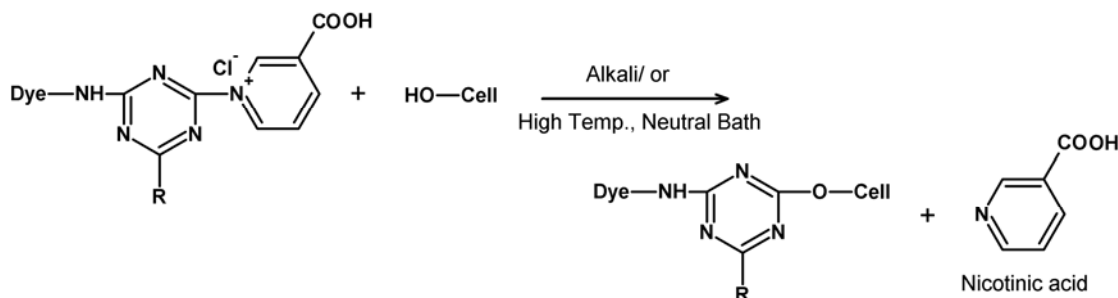


รูปที่ 2.9 สีรีแอกทีฟที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ ชนิดแบบหมู่ฟังก์ชันประเภทเดียวกัน (Procion Red HE-3B)

2.2.4 สีรีแอกทีฟที่มีหมู่ควอเทอร์นารีแอมโมเนียม (Quaternary ammonium group)

ได้มีผู้ทำการศึกษาอย่างกว้างขวางในการนำเอเทียรีเอมีน (tertiary amine) มาใช้เป็นตัวคะตะลิสต์ในการเร่งปฏิกิริยาระหว่างสีรีแอกทีฟชนิดที่ทำปฏิกิริยาแบบแทนที่ ซึ่งกลไกการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดขึ้น โดย tertiary amine จะไปทำปฏิกิริยากับสีรีแอกทีฟก่อนแล้วได้หมู่ควอเทอร์นารีแอมโมเนียมเกิดขึ้น ซึ่งเป็นหมู่ที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาสูงขึ้นกว่าหมู่รีแอกทีฟ

เดิมของสี ทำให้สามารถทำปฏิกิริยากับเส้นใยโดยไม่จำเป็นต้องใช้ตัวช่วย tertiary amines ที่นิยมนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น 1,4-diazabicyclo-(2,2,2)octane (DABCO), trimethyl amine และ substituted pyridine ถึงแม้ว่าเอมีนพวกนี้จะช่วยให้สีติดบนเส้นใยได้โดยไม่ต้องใช้ตัวช่วย แต่ในทางปฏิบัติกลับไม่ได้รับความนิยมเนื่องจากสารเอมีนมีกลิ่นเหม็น (fishy smell) ต่อมาได้มีการค้นพบว่าสาร nicotinic acid เป็น tertiary amine ที่ไม่มีกลิ่นและยังสามารถเติมเข้าไปในโมเลกุลสีโดยตรงได้ จึงทำให้มีการนำเสนอสีรีแอกทีฟตัวใหม่ที่มีหมู่ ควอเทอร์นารีแอมโมเนียมเป็นหมู่ว่องไวในการทำปฏิกิริยา ความสำเร็จในเชิงพาณิชย์ของสีประเภทนี้ได้แก่ สี Kayacilon react dye ของบริษัท Nippon Kayaku โดยหมู่ว่องไวของสีตระกูลนี้คือ nicotinic acid ซึ่งเป็นอนุพันธ์ตัวหนึ่งของ tertiary amines มีชื่อสามัญว่าไนโคตินิกแอซิด ชื่อของ nicotinic acid คือ ละลายน้ำและไม่มีกลิ่น สีประเภทนี้เหมาะสำหรับการย้อมแบบแช่ และเหมาะสำหรับย้อมเส้นใยผสมระหว่างเซลลูโลสกับพอลิเอสเตอร์ เทคนิคการย้อมสีประเภทนี้คล้าย ๆ กับสีรีแอกทีฟทั่วไป แต่ไม่มีการเติมด่างโดยจะทำปฏิกิริยาได้ดีที่อุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส (ดังแสดงในรูปที่ 2.10) จึงเหมาะที่จะนำไปย้อมรวมกับสีย้อมเพิร์สในการย้อมเส้นใยผสมระหว่างใยฝ้ายกับพอลิเอสเตอร์ เนื่องจากสีย้อมเพิร์สอาศัยอุณหภูมิสูงในการติดบนเส้นใยพอลิเอสเตอร์



รูปที่ 2.10 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างสีควอเทอร์นารีแอมโมเนียมกับเซลลูโลส

2.2.5 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซึมของสีเข้าไปในเส้นใย [8]

ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซึมของสีเข้าไปในเส้นใยขึ้นอยู่กับอิทธิพลที่สำคัญ คือ

2.2.5.1 การดูดซึม (exhaustion)

สีจะดูดซึมเส้นใยดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับโครงสร้างทางเคมีของส่วนโมเลกุลที่ให้สี ถ้าใช้สีที่มีโครงสร้างในการดูดซึมเส้นใยน้อย ก็จะทำให้เกิดปัญหาสีย้อมตกค้างเข้าสู่ระบบบำบัดน้ำเสียสูง และต้องใช้สีย้อมในปริมาณมากในกรณีย้อมเจดสีเข้ม ในขณะที่สีย้อมที่ดูดซึมเข้าไปในเส้นใยได้ดี จะมีปัญหาในการซักล้างเอาสีไฮโดรไลสออกเนื่องจากสีไฮโดรไลสประเภทนี้มีความสามารถในการ

ยึดเกาะกับเซลลูโลสได้ในระดับหนึ่งคล้ายกับสียูเรอิก การซึบซับจึงต้องใช้น้ำในปริมาณมากและสิ้นเปลืองพลังงานและเวลาในงานซึบซับ

2.2.5.2 อิทธิพลของอัตราส่วนวัสดุต่อน้ำย้อม (influence of liquor ratio)

สียูเรอิกที่พ่นนอกจากจะทำปฏิกิริยากับเส้นใยแล้วยังสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำด้วย โดยสียูเรอิกที่ที่ทำปฏิกิริยากับน้ำเรียกว่าสียูเรอิกไฮโดรไลซิส ซึ่งไม่สามารถทำปฏิกิริยากับเส้นใยได้อีก ทำให้สียูเรอิกติดเส้นใยลดลง ดังนั้นในการย้อมจึงต้องพยายามให้สียูเรอิกทำปฏิกิริยากับน้ำให้น้อยที่สุด จึงต้องทำการควบคุมอัตราส่วนวัสดุต่อน้ำย้อมให้คงที่และแม่นยำ อัตราส่วนวัสดุต่อน้ำย้อมที่แนะนำให้ควรนำเอาแฟคเตอร์ของความว่องไวต่อปฏิกิริยาของสียูเรอิกมาประกอบว่าจะใช้อัตราส่วนเท่าไร เพื่อลดการสูญเสียของสียูเรอิกเนื่องจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

2.2.5.3 ผลของอุณหภูมิ (effect of temperature)

สียูเรอิกที่มีความว่องไวต่อปฏิกิริยาสูงสามารถย้อมได้ที่อุณหภูมิต่ำ (อุณหภูมิห้อง) ซึ่งนับว่าเป็นข้อดีอย่างมาก โดยปกติอุณหภูมิที่ใช้ในการย้อมจะแปรผันตามความว่องไวต่อปฏิกิริยาของกลุ่มทำปฏิกิริยา ดังนั้นในการย้อมจึงย้อมที่อุณหภูมิต่ำก่อนแล้วค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิมากขึ้น

2.2.5.4 ผลของความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ (effect of electrolyte concentration)

เมื่อปริมาณอิเล็กโทรไลต์เพิ่มขึ้น ความสามารถของน้ำสียูเรอิกในการดูดซึมเข้าไปในเส้นใย (เซลลูโลส) จะเพิ่มมากขึ้นด้วย แต่ถ้าความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์มากเกินไปจะทำให้สียูเรอิกตกตะกอน และเกิดปัญหาสียูเรอิกสะสมที่ผิวเส้นใย (surface dyeing)

2.2.5.5 ผลของด่าง (effect of alkali)

สียูเรอิกจะดูดซึมได้เร็วที่ค่าความเป็นกรด-ด่าง 10.3 แต่ถ้าในน้ำย้อมมีค่าความเป็นกรด-ด่างสูงกว่า 11 การดูดซึมก็จะลดลง และลดลงเรื่อยๆ เมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างเพิ่มสูงขึ้น

2.2.5.6 ผลของเส้นใย (effect of fiber)

เซลลูโลสต่างชนิดกันจะดูดซึมสียูเรอิกไม่เท่ากัน เช่น ฝ้ายชุบมันดูดซึมได้ดีกว่าฝ้ายธรรมดา ถ้ามีความหนาแน่นของเส้นใยสูงก็ดูดซึมได้น้อยลง

2.3 สารต้านเชื้อจุลินทรีย์

ผลิตภัณฑ์สิ่งทอที่เราใช้หรือสวมใส่ นับเป็นแหล่งอาศัยของเชื้อจุลินทรีย์ชนิดต่างๆ ได้เป็นอย่างดี เนื่องจากมีอุณหภูมิ ความชื้น และแหล่งอาหารที่เหมาะสม ทำให้เป็นสาเหตุ

หลักของการเกิดปัญหากลิ่นอับชื้น จุดต่างด้าบนเส้นใยและอาจนำมาซึ่งเชื้อโรคที่เป็นอันตรายต่อผู้ใช้หรือสวมใส่ ด้วยเหตุนี้จึงมีการคิดค้นและพัฒนาผลิตภัณฑ์สิ่งทอให้มีสมบัติต้านเชื้อจุลินทรีย์เพื่อประสิทธิภาพในการฆ่าหรือยับยั้งการเจริญของแบคทีเรีย จุดประสงค์ของการใช้สารต้านเชื้อจุลินทรีย์คือ เพื่อป้องกันการแพร่เชื้อและการแพร่กระจายของเชื้อจุลินทรีย์ที่ทำให้เกิดโรค ลดกลิ่นอับไม่พึงประสงค์เนื่องจากการเสื่อมสลายของแบคทีเรีย และป้องกันความเสียหายของสิ่งทอจากเชื้อจุลินทรีย์

การตกแต่งผลิตภัณฑ์สิ่งทอให้มีสมบัติต้านเชื้อจุลินทรีย์มีมาตั้งแต่สมัยโบราณ ดังเห็นได้จากสมัยอียิปต์ที่มีการทำมัมมี่ และในวัฒนธรรมอื่นๆ ที่คล้ายกัน การป้องกันและการเก็บถนอมเนื้อผ้ามีความสำคัญและยังคงเป็นพื้นฐานในการใช้งานสิ่งทอทุกวันนี้ สารต้านเชื้อจุลินทรีย์มีฤทธิ์ยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อจุลินทรีย์ (bacteriostatic), ฆ่าหรือทำลายเชื้อจุลินทรีย์ (bactericidal), ยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา (fungistatic) และฆ่าเชื้อรา (fungicidal) นอกจากนี้ยังช่วยป้องกันการเน่าเปื่อยของสิ่งทอจากเชื้อราและจุลินทรีย์ สารต้านจุลินทรีย์ที่สำคัญได้แก่ สารฟีนอลิก (phenolic active), เกลือควอเทอร์นารีแอมโมเนียม (quaternary ammonium salts), และสารอินทรีย์ของโลหะ (organic-metallic; Hg) [1]

สารต้านเชื้อจุลินทรีย์ได้ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายสำหรับสิ่งทอ สมบัติที่สำคัญของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์คือ การป้องกันผู้ใช้สิ่งทอจากเชื้อโรคหรือกลิ่นอับไม่พึงประสงค์ และป้องกันความเสียหายของสิ่งทอจากเชื้อราและจุลินทรีย์

2.3.1 สมบัติของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์

เนื่องจากเชื้อจุลินทรีย์มีอัตราการเจริญเติบโตอย่างรวดเร็ว ยกตัวอย่างเช่นแบคทีเรียจะเพิ่มขึ้นเป็นสองเท่าทุกๆ 20 ถึง 30 นาทีภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม (30-40 องศาเซลเซียส หรือ 77-78 องศาฟาเรนไฮต์, pH 5-7) ดังนั้นสารต้านเชื้อจุลินทรีย์จะต้องทำหน้าที่อย่างมีประสิทธิภาพและรวดเร็ว ในการฆ่าหรือหยุดการเจริญของเชื้อจุลินทรีย์ และมีความคงทนถาวรแม้ผ่านการทำความสะอาดหลายรอบ สารต้านเชื้อจุลินทรีย์จะต้องปลอดภัยสำหรับผู้ผลิตและผู้บริโภค ซึ่งเป็นไปตามกฎระเบียบของรัฐบาลที่เข้มงวดและมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมน้อยที่สุด สารต้านเชื้อจุลินทรีย์จะต้องประยุกต์ใช้ได้ง่ายในโรงงานสิ่งทอ ควรจะเข้ากันได้กับสารตกแต่งสำเร็จอื่นๆ มีผลกระทบต่อสมบัติของผ้า รวมถึงสวมใส่สบาย และราคาไม่แพง

2.3.2 กลไกการทำงานของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์

สารต้านเชื้อจุลินทรีย์สามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท ขึ้นอยู่กับกลไกการทำงานในการโจมตีเชื้อจุลินทรีย์ ประเภทแรกประกอบด้วยสารเคมีที่สามารถปล่อยออกมาตามกลไกการควบคุม-การปล่อย (controlled-release mechanism) สารต้านเชื้อจุลินทรีย์จะถูกปล่อยอย่างช้าๆ จากที่สะสม (reservoir) ทั้งบนผิวหนังหรือภายในเส้นใย สารต้านเชื้อจุลินทรีย์ประเภท leaching มีประสิทธิภาพต้านเชื้อจุลินทรีย์บนพื้นผิวเส้นใยหรือในสภาพแวดล้อมโดยรอบ แต่ในที่สุดสารต้านจุลินทรีย์ที่สะสมจะหมดลงประสิทธิภาพต้านเชื้อจุลินทรีย์ก็จะหมดไป

ประเภทที่สองของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์ประกอบด้วยโมเลกุลที่เชื่อมต่อกับพันธะทางเคมีบนพื้นผิวเส้นใย (bound antimicrobials) ไม่อยู่ในสภาพแวดล้อมที่ล้อมรอบ สารต้านจุลินทรีย์สามารถจะถูกขจัดออกไปหรือกลายเป็นอนุพันธ์และสูญเสียความทนทานในระยะยาว

สารต้านเชื้อจุลินทรีย์ที่มีฤทธิ์ควบคุมการเจริญเติบโตและการแพร่กระจายของเชื้อจุลินทรีย์เป็นที่รู้จักกันในนาม biostats เช่น bacteriostats และ fungistats สารต้านเชื้อจุลินทรีย์ที่มีฤทธิ์ฆ่าหรือทำลายเชื้อจุลินทรีย์ (biocides) เช่น bacteriocides และ fungicides ในขณะที่ biostats อยู่ภายใต้กฎระเบียบที่น้อยกว่า biocides ซึ่งได้รับการควบคุมอย่างเคร่งครัดมากขึ้นโดยกฎระเบียบของรัฐ

กลไกการทำงานของสารต้านเชื้อจุลินทรีย์ คือ ป้องกันและยับยั้งการแบ่งเซลล์, ขัดขวางการทำงานของเอนไซม์, ทำปฏิกิริยากับเยื่อหุ้มเซลล์ (เช่น กับไอออนเงิน) เพื่อทำลายผนังเซลล์ และทำลายเซลล์จากภายใน [11]

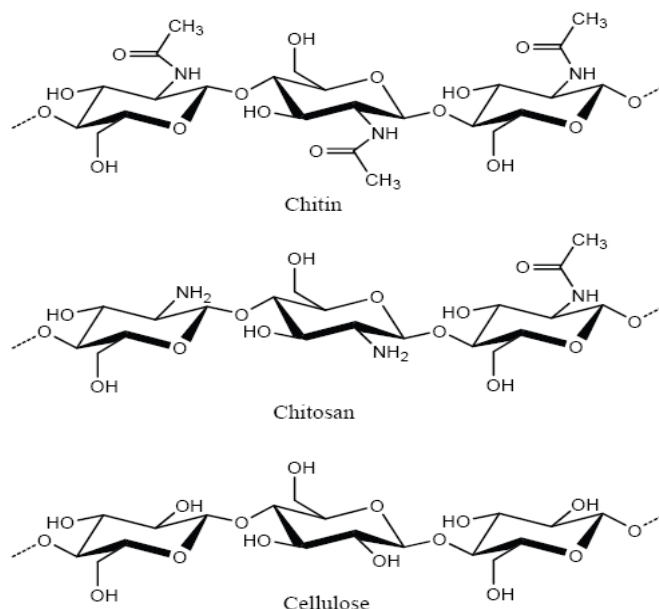
2.4 ไคตินและไคโตซาน (chitin and chitosan)

2.4.1 ลักษณะทั่วไปของไคติน และไคโตซาน [12, 13, 14]

ไคติน (chitin) มีชื่อทางเคมีว่า poly[β -(1 \rightarrow 4)-2-acetamido-2-deoxy-D-glucopyranose] มีสูตรทั่วไปคือ $(C_8H_{13}NO_5)_n$ เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ โดยทั่วไปมักพบไคตินในโครงสร้างเปลือกของสัตว์จำพวกกุ้ง ปู และแกนหมึก นอกจากนี้ยังพบในเปลือกแข็งของสัตว์พวกแมลง ผนังเซลล์ของพืชพวกเห็ดรา และสาหร่ายบางสายพันธุ์

ไคโตซาน (chitosan) เป็นอนุพันธ์ของไคตินที่ได้จากปฏิกิริยากำจัดหมู่อะซิทิล (deacetylation) ของไคตินด้วยด่างเข้มข้น ทำให้โครงสร้างทางเคมีของไคตินเปลี่ยนไป โดยหมู่อะซิทามิโด (-NHCOCH₃) เปลี่ยนเป็นหมู่อะมิโน (-NH₂) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ไคโตซานมีชื่อทางเคมีว่า poly[β -(1 \rightarrow 4)-2-amino-2-deoxy-D-glucopyranose] มีสูตรทั่วไปคือ $(C_6H_{11}NO_4)_n$

ไคตินและไคโตซานมีโครงสร้างทางเคมีคล้ายกับเซลลูโลส โดยแตกต่างกันตรงหมู่แทนที่ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ซึ่งเซลลูโลสเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ไคตินเป็นหมู่อะซิตามิโด และไคโตซานเป็นหมู่อะมิโน โครงสร้างทางเคมีของไคติน ไคโตซาน และเซลลูโลส แสดงไว้ในรูปที่ 2.11

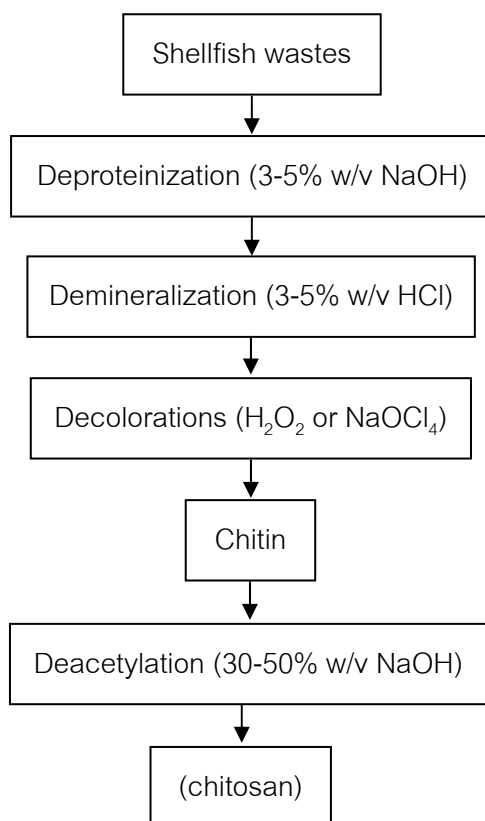


รูปที่ 2.11 โครงสร้างทางเคมีของไคติน ไคโตซาน และเซลลูโลส [15]

ไคตินและไคโตซานเป็นโคพอลิเมอร์ระหว่างโมโนเมอร์ของ N-acetyl-D-glucosamine (2-acetamido-2-deoxy-D-glucose) และ D-glucosamine (2-amino-2-deoxy-D-glucose) ถ้าสัดส่วนที่อยู่รวมกันของ N-acetyl-D-glucosamine มากกว่าจะเรียกว่าไคติน แต่ถ้าสัดส่วนของ D-glucosamine มากกว่าเรียกว่าไคโตซาน ตัวบ่งชี้ความเป็นไคตินหรือไคโตซานระบุด้วยค่าระดับของการเกิดดีอะซิไทเลชัน (degree of deacetylation: DD) ไคตินที่มีปริมาณการกำจัดหมู่อะซิไทลตั้งแต่ร้อยละ 50 ขึ้นไปเรียกว่าไคโตซาน [16]

2.4.2 กระบวนการผลิตไคตินและไคโตซาน [12, 17, 18]

ไคตินและไคโตซานพบมากในส่วนประกอบที่เป็นเปลือกแข็งของสัตว์ทะเล เช่น กุ้ง ปู และหมีก เปลือกแข็งของสัตว์พวกนี้มืองค์ประกอบที่สำคัญคือ ไคติน ซึ่งเป็นสารพอลิเมอร์ชีวภาพที่อยู่ปะปนกับโปรตีน ชั้นของเกลือแร่ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นหินปูน (CaCO_3) และรงควัตถุสีแดงจำพวกแคโรทีน กระบวนการผลิตไคโตซานโดยวิธีการทางเคมี มีขั้นตอนพื้นฐานอยู่ 4 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 การกำจัดโปรตีน (deproteinization) ขั้นตอนที่ 2 การกำจัดแร่ธาตุ (deminerallization) ขั้นตอนที่ 3 กระบวนการฟอกสี (decolorations) และขั้นตอนที่ 4 การกำจัดหรือลดหมู่อะซิไทล (deacetylation) ซึ่งขั้นตอนที่ 1 และ 2 สามารถสลับลำดับก่อนหลังได้ ดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 ขั้นตอนการเตรียมไคตินและไคโตซาน

2.4.2.1 การกำจัดโปรตีน (deproteinization)

เปลือกกุ้ง กระจดองปู และแกนของปลาหมึกจะถูกนำมาบดให้มีขนาดเล็กก่อนเข้าสู่กระบวนการกำจัดโปรตีน การกำจัดโปรตีนนี้มักใช้สารละลายไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่ความเข้มข้น 3-5% ที่อุณหภูมิประมาณ 80-90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง ในกระบวนการนี้โปรตีนส่วนใหญ่จะถูกขจัดออกจากวัตถุดิบ พร้อมกับไขมันและรงควัตถุบางชนิดจะถูกขจัดออกด้วย

2.4.2.2 การกำจัดแร่ธาตุ (demineralization)

วัตถุดิบหรือวัตถุดิบที่ผ่านกระบวนการกำจัดโปรตีนมาแล้ว จะทำปฏิกิริยากับกรด ในกระบวนการกำจัดแร่ธาตุ ซึ่งส่วนมากจะใช้กรดเกลือ (HCl) ความเข้มข้น 3-5% ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 คืน ทำให้เกลือแร่ส่วนใหญ่ เช่น หินปูน (CaCO_3) ถูกกำจัดออกโดยเปลี่ยนเป็นเกลือแคลเซียมที่ละลายน้ำ (CaCl_2) และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ขั้นตอนนี้โปรตีนและรงควัตถุที่ละลายในกรดจะถูกกำจัดออกไปด้วย

2.4.2.3 กระบวนการฟอกสี (decolorations)

กระบวนการฟอกสี เป็นกระบวนการที่ใช้กรณีที่โคโตซานที่ได้ยังคงมีรงควัตถุเหลืออยู่ หลักการของกระบวนการนี้ก็เช่นเดียวกับการฟอกสีในสิ่งทอ โดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) หรือโซเดียมเปอร์คลอเรต ($NaOCl_4$)

2.4.2.4 การกำจัดหรือลดหมู่อะซิทิล (deacetylation)

กระบวนการกำจัดหรือลดหมู่อะซิทิล เป็นการเปลี่ยนแปลงทางเคมีที่ใช้ในการลดหรือกำจัดหมู่อะซิทิล ($-COCH_3$) ที่มีอยู่บนสายไซโมเลกุลของโคติน เพื่อให้เกิดเป็นโคโตซาน ซึ่งเป็นการเพิ่มหมู่อะมิโน ($-NH_2$) บนสายไซโมเลกุลของโคติน หมู่อะมิโนนี้มีความสามารถในการรับโปรตอนจากสารละลาย แล้วมีสมบัติเป็นประจุบวก ซึ่งช่วยให้การละลายดีขึ้น ส่วนใหญ่เมื่อหมู่อะมิโนถูกกำจัดไปมากกว่า 60% ผลิตภัณฑ์โคโตซานที่ได้สามารถละลายได้ในกรดอินทรีย์หลายชนิด เช่น กรดแอสติก (CH_3COOH) และกรดแลคติก ($CH_3CHOHCOOH$) เป็นต้น การลดหมู่อะซิทิลทำได้โดยใช้การแช่โคตินในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น (30-50%) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส

2.4.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของโคโตซาน

2.4.3.1 การละลาย (solubility)

โคตินสามารถละลายได้ในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น กรดฟอสฟอริก กรดฟอร์มิก โดยปราศจากน้ำ แต่ไม่ละลายในน้ำ กรดเจ็จจาง ต่างทั้งเจ็จจางและเข้มข้น แอลกอฮอล์ และตัวทำละลายอินทรีย์อื่นๆ

ส่วนโคโตซาน สามารถละลายได้ในสารละลายที่เป็นกรดอินทรีย์เกือบทุกชนิดที่มีค่า pH น้อยกว่า 6 เช่น กรดแอสติก และกรดฟอร์มิก เป็นกรดที่นิยมใช้ในการละลายโคโตซาน กรดอินทรีย์บางชนิด เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริก กรดฟอสฟอริก และกรดเปอร์คลอริกก็สามารถละลายโคโตซานได้เช่นกัน แต่ต้องอยู่ภายใต้การคนที่อุณหภูมิปานกลาง แต่โคโตซานมีข้อจำกัดตรงไม่ละลายในน้ำ ต่าง และตัวทำละลายอินทรีย์ เมื่อละลายแล้วสารละลายโคโตซานจะมีความเหนียวใส อีกทั้งในการละลายบางครั้งอาจเกิดตะกอนสีขาว ลักษณะคล้ายเจลขึ้น

2.4.3.2 ความหนืด (viscosity)

ความหนืดของสารละลายโคโตซานขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น ระดับการกำจัดหมู่อะซิทิล ความเป็นกรด-เบส (pH) และอุณหภูมิของสารละลายนั้น ซึ่งโดยทั่วไปความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์จะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แต่ชนิดของกรดที่ใช้ในการเปลี่ยนแปลง pH

ของสารละลายพอลิเมอร์จะส่งผลให้มีค่าความหนืดที่แตกต่างกันด้วย เช่น ความหนืดของไคโตซานในกรดแอสติคจะเพิ่มขึ้นเมื่อสารละลายมีค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายลดลง ในขณะที่ความหนืดของไคโตซานในกรดไฮโดรคลอริกจะเพิ่มขึ้นเมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายเพิ่มขึ้น

2.4.3.3 การเสื่อมสลาย (degradation)

ไคตินและไคโตซานจะเหมือนกับพอลิเมอร์หรือพอลิแซ็กคาไรด์อื่นๆ ทั่วไป คือ เมื่อเกิดการเสื่อมสลายจะให้สายโซ่โมเลกุลที่สั้นลงเป็นโอลิโกแซ็กคาไรด์ (oligosaccharide) หรือโอลิโกเมอร์ (oligomer) และเป็นหน่วยย่อยที่เล็กที่สุดที่เรียกว่า มอนอเมอร์ (monomer) หรือโมโนแซ็กคาไรด์ (monosaccharide) การเสื่อมสลายของไคตินและไคโตซาน เกิดขึ้นได้ด้วยปัจจัยต่างๆ ดังนี้ การเสื่อมสลายโดยกรด การเสื่อมสลายโดยด่าง การเสื่อมสลายโดยการสั่นด้วยคลื่นเสียง การเสื่อมสลายด้วยเอนไซม์ และการเสื่อมสลายด้วยความร้อน

2.4.3.4 การจัดเรียงตัวในระดับโมเลกุล (Molecular Conformation)

ไคตินมีโครงสร้างของผลึก (crystal structure) ที่แข็งแรง และมีระดับผลึก (degree of crystallinity) สูง Muzzarelli ได้เสนอรูปแบบผลึกของไคตินไว้เป็น 3 ลักษณะ คือ α -chitin, β -chitin และ γ -chitin แต่ละลักษณะแตกต่างกันที่การเกิดระบบผลึก (crystal system) และปัจจัยการเกิดของการเกิดแลตติซผลึก (crystal lattice) ของหน่วยเซลล์ (unit cell) ภายในโครงสร้างผลึก α -chitin มีโครงสร้างการเรียงตัวแบบสลับกัน พบในไคตินของเปลือกกุ้งและปู ส่วนไคตินที่พบในแกนปลาหมึกจะมีโครงสร้างที่เรียงตัวไปทางเดียวกัน เกิดเป็น β -chitin การจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุลแบบ γ -chitin นั้นเกิดจากโครงสร้างเรียงสลับกันระหว่างสองแบบที่กล่าวมาแล้ว

2.4.4 ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยา

ไคโตซานประกอบด้วย 3 หมู่ฟังก์ชันที่มีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยา คือ หมู่อะมิโน ($-NH_2$) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 (C-2) หมู่ primary alcohol ($-CH_2OH$) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 6 (C-6) และหมู่ secondary alcohol ($-CHOH$) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 3 (C-3) การปรับปรุงโครงสร้างเคมี (chemical modification) ของหมู่ฟังก์ชันนี้สามารถก่อให้เกิดวัสดุต่างๆ ในการใช้งานที่แตกต่างกัน

2.4.5 การประยุกต์ใช้งานของไคตินและไคโตซาน

ไคตินและไคโตซานเป็นสารที่มีลักษณะเป็นเอกลักษณ์โดดเด่นเฉพาะตัว คือเป็นสารธรรมชาติ เป็นวัสดุทางชีวภาพ (biomaterials) ที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) อีกทั้งย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ (biodegradable) ดังนั้นจึงปลอดภัยในการนำมาใช้กับมนุษย์และไม่เกิดผลเสียกับสิ่งแวดล้อม [16] นอกจากนี้ไคโตซานยังสามารถขึ้นรูปได้หลายแบบ เช่น เจล เม็ด เส้นใย และคอลลอยด์ ไคโตซานมีหมู่อะมิโน ($-NH_2$) และหมู่ไฮดรอกซิล ($-OH$) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยาทางเคมี เพื่อเปลี่ยนให้เป็นอนุพันธ์ (derivatives) ได้มากมาย ปัจจุบันได้มีการค้นคว้าวิจัยและนำไคตินและไคโตซานไปใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย อาจแบ่งได้ดังนี้

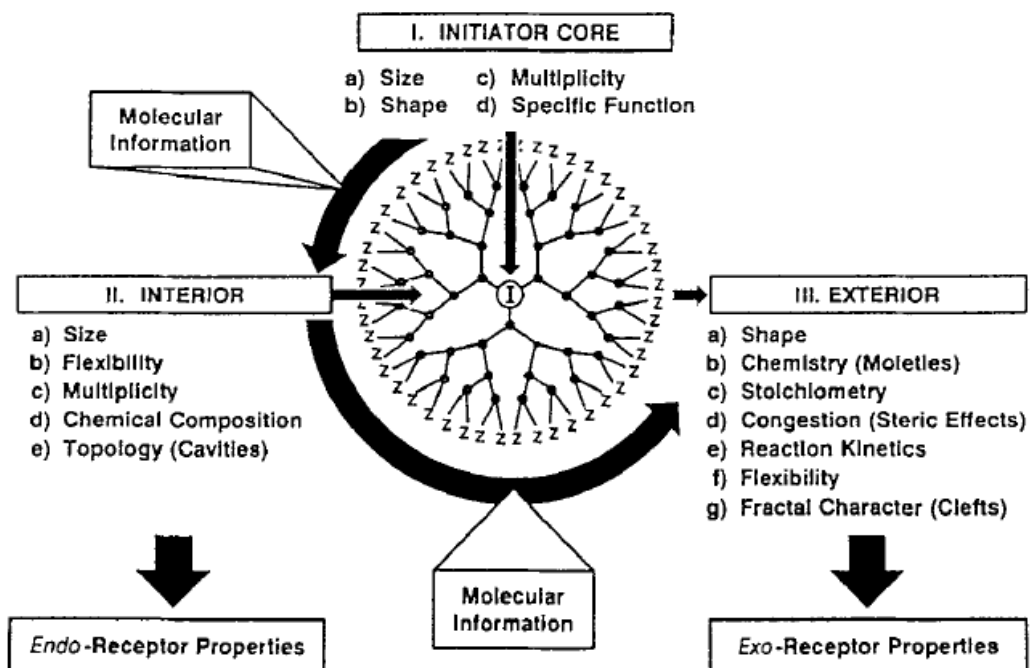
ตารางที่ 2.2 ประโยชน์ของไคตินและไคโตซาน

การประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ	ประโยชน์
อาหาร	จากสมบัติของไคโตซานในด้านการยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ เช่น แบคทีเรีย เชื้อรา นับเป็นจุดเด่นที่สำคัญต่อการนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการถนอมอาหาร ใช้เป็นสารเติมแต่งในกระบวนการผลิตอาหารและเครื่องดื่มหลายชนิด ใช้เป็นฟิล์มห่อหุ้มเพื่อถนอมอาหาร นอกจากนี้ยังใช้เป็นอาหารเสริมเพื่อลดคอเลสเตอรอล และควบคุมน้ำหนัก เนื่องจากไคโตซานไปจับกับคอเลสเตอรอล ทำให้ร่างกายไม่สามารถดูดซึมไปใช้หรือดูดซึมได้น้อยลง
การเกษตร	เนื่องจากไคตินและไคโตซานเป็นสารธรรมชาติที่ช่วยลดความเสี่ยงของเกษตรกรและผู้บริโภคต่อการได้รับสารพิษจากปุ๋ยและยาปราบศัตรูพืช พร้อมทั้งมีจุดเด่นที่สามารถช่วยเพิ่มผลผลิต ช่วยยืดอายุการเก็บรักษาพืชผลทางการเกษตร รวมถึงสามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้และปลอดภัยต่อสภาพแวดล้อม จึงมีการนำไคตินและไคโตซานมาใช้ทางการเกษตร เช่น ใช้เป็นสารปรับสภาพดินสำหรับเพาะปลูก กระตุ้นการเจริญเติบโต สารต้านทานโรค การเคลือบเมล็ดพืช และใช้เป็นสารยืดอายุการเก็บรักษาผลผลิตหลังการเก็บเกี่ยว
เครื่องสำอาง	ไคโตซานเป็นสารประเภท non-toxic polyelectrolyte ที่มีประโยชน์ต่อการประยุกต์ใช้ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ทั้งนี้เพราะประจุบวกของหมู่แอมโมเนียม ($-NH_3^+$) บนโครงสร้างของไคโตซาน

การประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ	ประโยชน์
เครื่องสำอาง	จะมีความว่องไวต่อการจับกับผิวหนังและเส้นผมที่ประกอบด้วย สาร mucopolysaccharides โปรตีน และไขมัน ที่มีประจุลบได้ เป็นอย่างดี ไคโตซานที่เคลือบอยู่นี้จะก่อตัวเป็นฟิล์มบางๆ พร้อมกับดูดซับความชื้นและไขมันเอาไว้ จึงช่วยรักษาความชุ่มชื้น และความยืดหยุ่นให้แก่ผิวหนังและเส้นผม
การแพทย์และเภสัชกรรม	ไคตินและไคโตซานเป็นสารธรรมชาติที่มีความเข้ากันได้กับ เนื้อเยื่อและเซลล์ของร่างกาย สามารถรับประทานได้และย่อยสลายได้ตามธรรมชาติโดยไม่เป็นพิษต่อร่างกาย จึงมีงานวิจัยจำนวนมากที่ให้ความสนใจกับการนำสารไคตินและไคโตซานมาประยุกต์ใช้ทางการแพทย์และเภสัชกรรม เช่น ใช้เป็นวัสดุแทนกระดูก ใช้เป็นวัสดุปิดบาดแผล โดยทำให้แผลหายเร็วขึ้นหรือทำให้เลือดจับเป็นก้อน และใช้ทางด้านระบบนำส่งยา (drug delivery system)
กระดาษ	ใช้เป็นสารเติมแต่งในกระบวนการผลิตกระดาษ โดยกระดาษที่ผ่านการเคลือบด้วยไคโตซานจะมีความแข็งแรง และเมื่อผ่านการพิมพ์ด้วยระบบ anionic printing จะมีผลทำให้ได้งานพิมพ์ที่มีความคมชัด
การบำบัดน้ำเสีย	เนื่องจากไคโตซานมีหมู่เอมีน ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอน จึงสามารถทำปฏิกิริยากับโปรตีน สีย้อมผ้า และไอออน ของโลหะได้ มีการนำไคโตซานไปใช้ดูดซับสีย้อมผ้าในน้ำทิ้ง และใช้ในการดูดซับไอออนของโลหะในการบำบัดน้ำทิ้ง ได้แก่ ตะกั่ว ทองแดง ปรอท โครเมียม และยูเรเนียม
เส้นใยและสิ่งทอ	จากรายงานการวิจัยเกี่ยวกับการประยุกต์ใช้ไคตินและไคโตซานทางด้านเส้นใยและสิ่งทอ พบว่ามีการนำไปใช้ด้านต่างๆ ดังนี้ ใช้ผลิตเป็นเส้นใยและเส้นด้าย ใช้เป็นสารตกแต่งสำเร็จสิ่งทอ (Textile finishing agent) เช่น สารต้านการเจริญเติบโตของเชื้อจุลินทรีย์ และใช้เป็นสารช่วยในกระบวนการสิ่งทอ (Textile Auxiliaries)

2.5 เดนไดรเมอร์ (dendrimers)

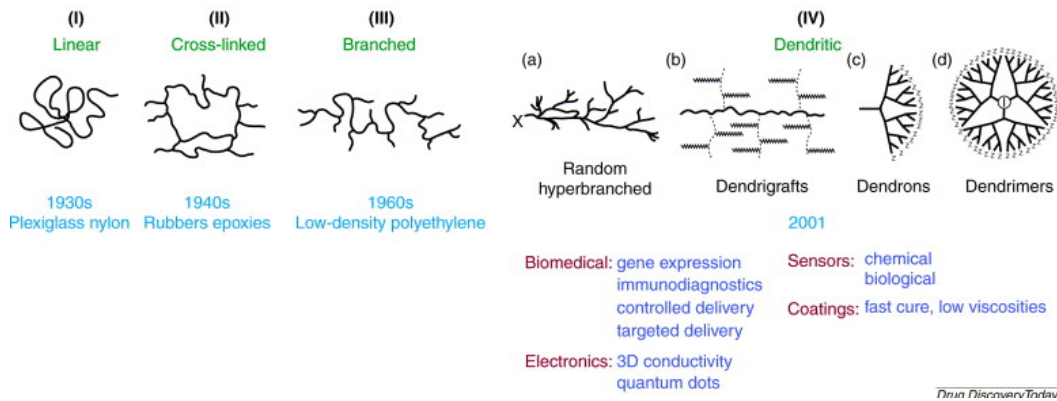
เดนไดรเมอร์ (dendrimers) เป็นวัสดุพอลิเมอร์ชนิดใหม่ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ (macromolecule) แตกต่างจากพอลิเมอร์ทั่วไป คือ รูปร่างสมมาตร, มีกิ่งก้านและหมู่ฟังก์ชันที่ผิวจำนวนมาก [19] มาจากภาษากรีกว่า Dendron เนื่องจากลักษณะคล้ายคลึงกับต้นไม้ที่มีกิ่งก้านสาขามากมาย [20] โครงสร้างของ dendrimers ประกอบด้วย 3 ส่วนดังนี้ [19]



รูปที่ 2.13 โครงสร้างและส่วนประกอบของ dendrimers [21]

- 1) Initiator core เป็นแกนกลางให้สารโมเลกุลอื่นมาต่อ
- 2) Interior layers (generations) ประกอบด้วยหน่วยซ้ำ เข้าทำปฏิกิริยากับแกนกลางเป็นแนวรัศมี ซึ่งจะต่อออกมาในลักษณะที่สม่ำเสมอเท่ากันในทุกๆ แขนจากแกนกลาง
- 3) exterior (terminal functionality) เป็น functional group ที่ต่อออกมาจากส่วน interior generation และอยู่ด้านนอกสุด

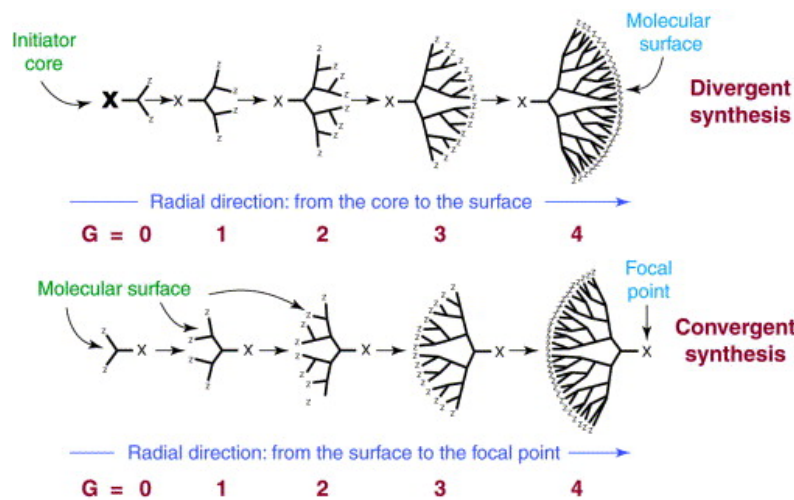
สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของ dendrimers ขึ้นอยู่กับสารที่ใช้เป็น core, branching unit และ terminal group



รูปที่ 2.14 ประเภทหลักของ macromolecule คือ พอลิเมอร์สังเคราะห์ดั้งเดิม: (I) linear (II) cross-linked (bridged) (III) branched และ (IV) dendritic เป็นพอลิเมอร์ที่ควบคุมโครงสร้าง

2.5.1 การสังเคราะห์ dendrimers

การสังเคราะห์ dendrimers สามารถทำได้ 2 วิธี คือ วิธี divergent ซึ่งการสังเคราะห์เริ่มจากโมเลกุลแกน (core molecule) ไปสู่ branching unit และวิธี convergent ซึ่งการสังเคราะห์เริ่มจาก dendrons ก่อนแล้วนำ dendrons มาต่อเชื่อมเข้าด้วยกันด้วยโมเลกุลแกน [19] ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 วิธีการสังเคราะห์แบบ divergent (บน) และวิธีการสังเคราะห์แบบ convergent (ล่าง) [22]

การสังเคราะห์ dendrimers ด้วยวิธี divergent มีข้อจำกัดตาม generation ที่สูงขึ้น เนื่องจากเกิด steric crowding ซึ่งเป็นผลมาจากการอัดตัวกันแน่นขึ้นของ terminal group ที่มีมากขึ้น ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ครบทุกหมู่ฟังก์ชัน เป็นผลให้เกิดข้อบกพร่องทางโครงสร้างทำให้เกิดการผิดรูปร่างของโมเลกุล dendrimers และอาจมีปัญหาคงความไม่บริสุทธิ์ของ

dendrimers การเกิด steric crowding นี้จะเริ่มมีความสำคัญประมาณ generations 5 และความสมบูรณ์ในการเกิด generation ที่สูงขึ้นกว่านี้จะลดลง มีรายงานน้อยมากสำหรับ dendrimers ที่มี generation 10-15 ในการสังเคราะห์แบบ divergent ซึ่งทำได้ยาก การเกิด steric crowding ไม่สำคัญนักในการสังเคราะห์แบบ convergent เพราะว่าการสังเคราะห์เริ่มจากโมเลกุลรอบนอกและเกิดปฏิกิริยาเข้าไปเป็นชั้นๆ ซึ่ง dendrimer fragment ที่ได้จะมีขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับ dendrimer molecule หลังจากที่ได้จำนวนชั้นปฏิกิริยาที่ต้องการแล้ว จึงนำ dendrimer fragment ที่ได้มาทำปฏิกิริยากับสารที่เป็น core อย่างไรก็ดีตามถ้าจำนวนของ dendrimer fragment ที่จะต้องมารวมที่ center core เพื่อให้เกิดเป็น dendrimers มีมาก การเกิด steric crowding ก็สามารถบรรเทาลงได้โดยการเลือกใช้ central core molecule ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นและ flexible มากขึ้น ข้อดีของวิธีการนี้คือสามารถควบคุมน้ำหนักโมเลกุล ความเป็นสาขาและจำนวนชั้นของปฏิกิริยาได้ดีจึงทำให้ได้ dendrimers ที่มีสมบัติตามความต้องการ[23]

2.5.2 พอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์ (PAMAM dendrimers) [19, 22, 24, 25, 26]

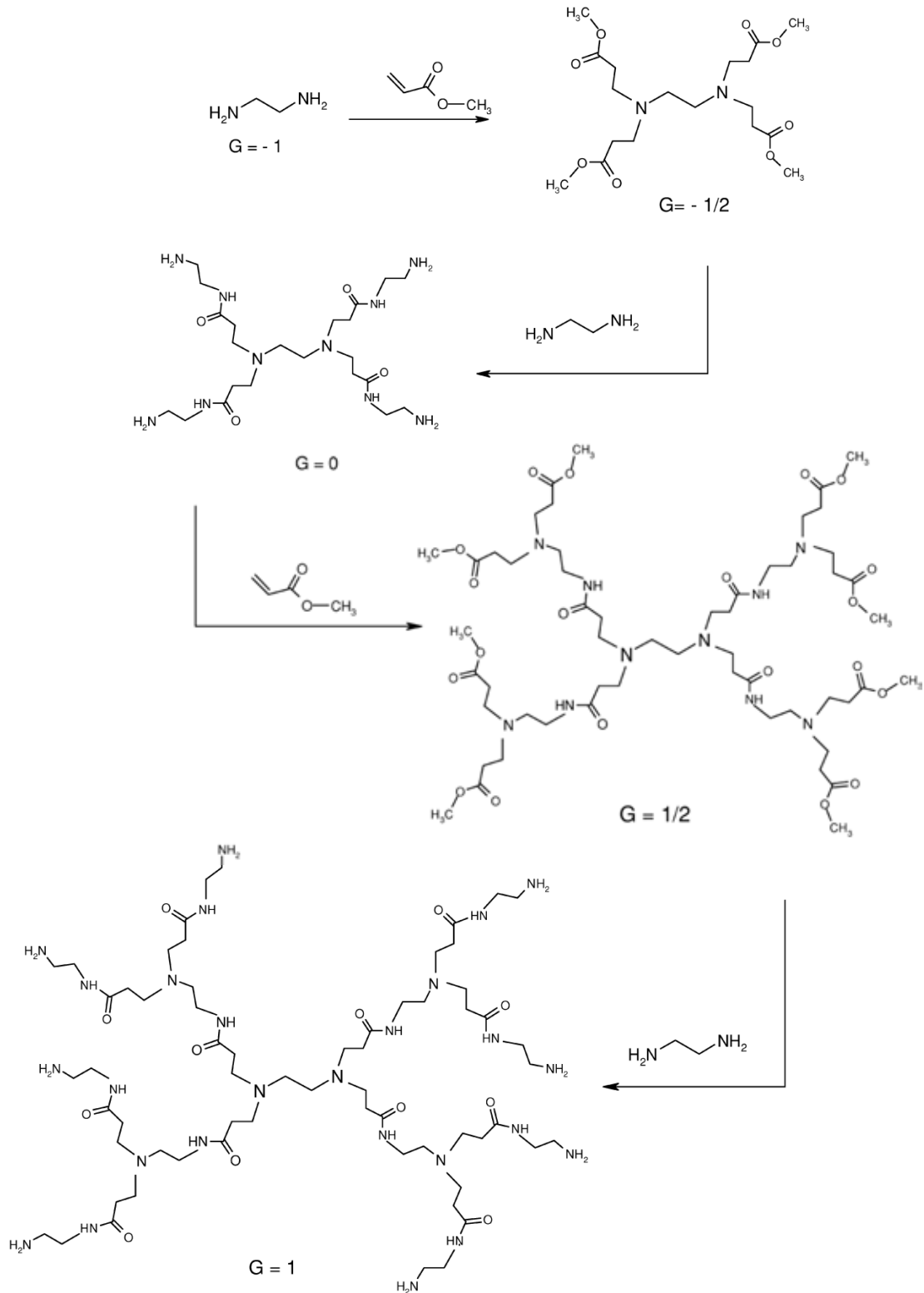
พอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์เป็นเดนไดรเมอร์ ที่สมบูรณ์ชนิดแรกที่สังเคราะห์ได้ และถูกผลิตออกมาเพื่อการค้า พอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการ divergent ประกอบด้วยขั้นตอนหลักๆ 2 ขั้นตอน คือ การเกิดปฏิกิริยารวมตัวแบบไมเคิล และปฏิกิริยาเอมิเดชัน โดยเริ่มจากปฏิกิริยารวมตัวแบบไมเคิลที่มีเอทิลีนไดเอมีนเป็นแกน ดังแสดงในรูปที่ 2.16 คือ

1) การเกิดปฏิกิริยารวมตัวแบบไมเคิล (Michael addition) โดยใช้เมทิลอะคริเลต (MA) ในปริมาณมากเกินพอเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่เอมีนของเอทิลีนไดเอมีนให้หมดไป ได้เป็นพอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์ ที่มีหมู่ปลายเป็นเอสเทอร์ (ester-terminated half-generation G-0.5, G0.5, etc)

2) การเกิดปฏิกิริยาเอมิเดชัน (Amidation) โดยใช้เอทิลีนไดเอมีน (EDA) ในปริมาณมากเกินพอเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่เอสเทอร์ของพอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากขั้นตอนแรก ได้เป็นพอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์ ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เอมีน (amine-terminated full generation G0, G1, etc)

ถ้าต้องการสังเคราะห์พอลิแอมิโดเอมีนเดนไดรเมอร์ ที่มี generation สูงขึ้นก็ให้ทำขั้นตอน 2 ขั้นนี้สลับต่อไปเรื่อยๆ จนได้ PAMAM ที่มี generation ตามต้องการ ซึ่งในงานวิจัยนี้ ได้ทำการสังเคราะห์ PAMAM dendrimers จำนวน 5 generations คือ G-0.5PAMAM,

G0.5PAMAM, G1.5PAMAM, G2.5PAMAM และ G3.5PAMAM สมบัติของ PAMAM dendrimers แสดงดังตารางที่ 2.3



รูปที่ 2.16 การสังเคราะห์ PAMAM dendrimers ด้วยวิธีการ divergent [26]

ตารางที่ 2.3 สมบัติของ PAMAM dendrimers

Generation	Molecular weight (Da)	Diameter (nm)	No. of tertiary amines	No. of surface groups	Surface group
G-0.5	404	-	2	4	-COOCH ₃
G0.0	517	1.4	2	4	-NH ₂
G0.5	1207	-	6	8	-COOCH ₃
G1.0	1430	1.9	6	8	-NH ₂
G1.5	2809	-	14	16	-COOCH ₃
G2.0	3256	2.6	14	16	-NH ₂
G2.5	5978	-	30	32	-COOCH ₃
G3.0	6909	3.6	30	32	-NH ₂
G3.5	12,404	-	62	64	-COOCH ₃

Box 1. Propagation mathematics

Where: N_c = core, N_b = branch cell multiplicities and G = generation. Mathematically defined values for surface groups (Z), molecular formulae and molecular weights (MW) as a function of generation for the (ethylenediamine core) poly(amidoamine) (PAMAM) dendrimer family.

Number of surface groups $(Z) = N_c N_b^G$

Number of branch cells $(BC) = N_c \left[\frac{N_b^G - 1}{N_b - 1} \right] =$ Number of covalent bonds formed/ generation

Molecular weights $(MW) = M_c + N_c \left[M_{RU} \left(\frac{N_b^G - 1}{N_b - 1} \right) + M_t N_b^G \right]$

รูปที่ 2.17 การคำนวณน้ำหนักโมเลกุลของ dendrimers

สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์พอลิเอไมโดเอมีนเดนไดรเมอร์โดยมีเอทิลีนไดเอมีนเป็นแกน ด้วยวิธีการ divergent มีวิธีการโดยละเอียดดังนี้

Peterson และคณะ [24] ได้สังเคราะห์พอลิเอไมโดเอมีนเดนไดรเมอร์ ด้วยวิธีการ divergent ประกอบด้วย 2 ขั้นตอนหลักคือ ปฏิกริยารวมตัวแบบไมเคิล และปฏิกริยาเอมิเดชัน โดยเริ่มจากปฏิกริยารวมตัวแบบไมเคิลที่มีเอทิลีนไดเอมีนเป็นแกน โดยเตรียมเอทิลีนไดเอมีนในสารละลายเมทานอล ควบคุมอุณหภูมิในอ่างน้ำแข็ง ค่อยๆหยดเมทิลอะคริเลตลงไปปริมาณมากเกินพอ (ส่วนเกินประมาณ 10%) และกวนตลอดเวลา (ภายใต้อาร์กอน) ให้ปฏิกริยาดำเนินต่อไปที่อุณหภูมิห้อง 5-6 วัน และที่ 45 องศาเซลเซียส 2-3 วัน จึงกำจัดตัวทำละลาย และเมทิลอะคริเลตมากเกินพอโดย rotary evaporator ภายใต้สุญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ทำให้บริสุทธิ์โดยใช้วิธีโครมาโทกราฟี สำหรับปฏิกริยาเอมิเดชันทำได้โดยเตรียมสารที่ได้จากขั้นตอนแรก (half-generation) ในเมทานอล ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ -30 องศาเซลเซียส ค่อยๆหยดเอทิลีนไดเอมีนในเมทานอลที่อุณหภูมิ -30 องศาเซลเซียสลงไป ควบคุมอุณหภูมิในการเกิดปฏิกริยาไม่เกิน -25 องศาเซลเซียส และทำปฏิกริยาภายใต้อาร์กอน หลังจากหยดสารเสร็จสมบูรณ์แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นไม่เกินอุณหภูมิห้องและปล่อยให้เกิดปฏิกริยาต่อเนื่อง 5-6 วัน กำจัดเอทิลีนไดเอมีนส่วนเกินออกโดยการกลั่น

Klaykruayat และคณะ [27] ได้นำเสนอการสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอไมโดเอมีนที่มีปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ และใช้ในการดัดแปรโคโคซาน ได้ทำการสังเคราะห์ไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอไมโดเอมีนจากปฏิกริยาแบบซ้ำระหว่างปฏิกริยาการรวมตัวแบบไมเคิลและปฏิกริยาเอมิเดชันจนได้ไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอไมโดเอมีนที่มีปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ เริ่มจากปฏิกริยาการรวมตัวแบบไมเคิล โดยค่อยๆ หยดเอทิลีนไดเอมีน 50 กรัม (0.833 โมล) ในเมทานอล 200 มิลลิลิตร ลงไปใน เมทิลอะคริเลต 350 กรัม (4.069 โมล) ในเมทานอล 200 มิลลิลิตร กวนของผสมให้เกิดปฏิกริยาเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นกวนของผสมอย่างต่อเนื่องเป็นเวลานาน 48 ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิไม่เกิน 25 องศาเซลเซียส กำจัดตัวทำละลาย และเมทิลอะคริเลตมากเกินพอ โดยใช้เครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน (rotary evaporator) ภายใต้การลดความดัน และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส สำหรับปฏิกริยาเอมิเดชัน ทำได้โดยเตรียมสารที่ได้จากขั้นตอนแรก (G-0.5) 100 กรัม ในเมทานอล 100 มิลลิลิตร ค่อยๆ หยดลงไปในเอทิลีนไดเอมีน 60 กรัม (1 โมล) และเมทานอล 300 มิลลิลิตร โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 0 องศาเซลเซียส และกวนตลอดเวลา หลังจากหยดสารเสร็จสมบูรณ์กวนของผสมอย่างต่อเนื่องเป็นเวลานาน 72 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง กำจัดตัวทำละลาย และเอทิลีนไดเอมีน

มากเกินพอ ภายใต้การลดความดัน และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เอทิลีนไดเอมีนส่วนเกินจะถูกกำจัดออกสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ azeotropic โดยใช้อัตราส่วนโทลูอีนต่อเมทานอล 9 : 1 ได้เป็น G0.0 hyperbranched PAMAM แล้วจึงเตรียมเป็นแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอมีโดเอมีนที่มีปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ด้วยปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับไดเมทิลซัลเฟต ทำการตรวจสอบโครงสร้างของไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอมีโดเอมีนและแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอมีโดเอมีน ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี ส่วนการดัดแปรโคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอมีโดเอมีนทำโดยผสมแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิเอมีโดเอมีนกับโคโตซาน โดยให้ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 วัน

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเพิ่มความสามารถดูดซับสีย้อม และตกแต่งสำเร็จด้านแบคทีเรียของผ้าฝ้าย

Burkinshaw และคณะ [28] ได้ศึกษาการใช้เดนไดรเมอร์ (dendrimers) ในการปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยวิธีการแบบแช่ (exhaustion) พบว่าผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยเดนไดรเมอร์ช่วยเพิ่มความสามารถในการดูดซับ สีรีแอกทีฟ และช่วยลดการใช้สารช่วยย้อม สีรีแอกทีฟทั้งเกลือและต่างได้ โดยค่าพีเอชที่เหมาะสมในการปรับสภาพผ้าฝ้ายคือ พีเอช 4 เนื่องจากเดนไดรเมอร์มีหมู่เอมีนปฐมภูมิและเอมีนตติยภูมิที่สามารถแสดงประจุบวกในภาวะกรดได้ จึงช่วยเพิ่มความสามารถในการย้อม ทำให้สีย้อมซึ่งมีประจุลบถูกดึงดูดเข้าไปในเส้นใยด้วยแรงดึงดูดระหว่างสีย้อม (ประจุลบ) กับเดนไดรเมอร์ (ประจุบวก) ผลที่ได้สะท้อนให้เห็นจากความเข้มของสีบนผ้าเพิ่มขึ้นตามปริมาณเดนไดรเมอร์ที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากมีจำนวนหมู่เอมีนที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง

Suitcharit และคณะ [29] ได้เตรียมโคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำโดยการทำดีพอลิเมอร์ไรเซชันโคโตซาน (chitosan : CTS) ด้วยโซเดียมไนไตรต์ และศึกษาอิทธิพลของโคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำต่อสมบัติการย้อมสีธรรมชาติที่สกัดได้จากใบมังคุด พบว่าค่าระดับของการเกิดดีอะซิทิเลชัน (degree of deacetylation) ของโคโตซานขึ้นกับความเข้มข้นของโซเดียมไนไตรต์ การเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไนไตรต์ทำให้ค่าระดับของการเกิดดีอะซิทิเลชันเพิ่มสูงขึ้น ในทางตรงกันข้ามน้ำหนักโมเลกุลและธาตุไนโตรเจนกลับลดลง (CTS-MW I = 226 kDa, CTS-MW II = 10.8 kDa และ CTS-MW III = 7.2 kDa) ในขั้นตอนของการย้อมประกอบด้วยวิธีการต่างๆ ได้แก่ all-in-one, pre-dyeing, และ post-dyeing โดยพบว่าวิธี pre-dyeing ที่ปรับสภาพโคโตซานลงบนผ้าฝ้ายก่อนการย้อมให้ผลความเข้มของสีย้อมจากใบมังคุดสูงที่สุด เนื่องจากหมู่เอมีนของโคโตซานบนผ้ามีความสามารถในการอันตรกิริยากับหมู่คาร์บอกซิลิกของสีย้อมจากใบมังคุด (gallic-COOH)

และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของไคโตซานค่าความเข้มของสีที่วัดได้จะมากขึ้นด้วย ในทางตรงกันข้ามวิธี post-dyeing ให้ผลความเข้มสีต่ำกว่าผ้าที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ เนื่องจากไคโตซานดึงเอาสีย้อมออกจากเส้นใยเซลลูโลส สำหรับวิธี all-in-one ให้ผลความเข้มสีต่ำเช่นเดียวกัน เนื่องจากไคโตซานทำให้สีตกตะกอนไม่สามารถเกาะติดกับเส้นใยได้ นอกจากนี้ไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำยังช่วยลดปัญหาผ้าหยาบกระด้าง

Houshyar และ Amirshahi [5] ได้ศึกษาพฤติกรรมการย้อมสีรีเอกทีฟบนผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน ในขั้นตอนของการปรับสภาพผ้านั้นพวกเขาได้ใช้วิธีการต่างๆ ได้แก่ วิธีการแบบแช่, จุ่มอัด-อบแห้ง, จุ่มอัด-หมัก, จุ่มอัด-อบผนึกด้วยไอน้ำ และ จุ่มอัด-อบแห้ง-อบผนึกด้วยไอน้ำ โดยพบว่าผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพแล้วนั้นสามารถดูดซึมเอาสีย้อมได้สูงกว่าผ้าฝ้ายที่ไม่ได้ผ่านการปรับสภาพ ในบรรดาวิธีการต่างๆ พบว่าวิธีปรับสภาพแบบ จุ่มอัด-อบแห้งให้ผลการดูดซึมสีมากที่สุด จากนั้นได้ทำการศึกษาสมบัติความคงทนของสีต่อแสงและต่อการซักล้าง พบว่าความคงทนของสีต่อแสงและการซักล้างลดลงเล็กน้อยและลดลงอย่างมีนัยสำคัญตามลำดับ ทั้งนี้เป็นผลมาจากปัญหาการย้อมติดผิวนั่นเอง

Gupta และ Haile [30] ได้ศึกษาการตกแต่งสำเร็จ และปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยไคโตซานและอนุพันธ์ของไคโตซานคือ คาร์บอกซีเมทิลไคโตซาน (carboxymethyl chitosan) ด้วยวิธีจุ่มอัด-อบแห้ง-อบผนึก พบว่าสารทั้งสองชนิดเมื่อนำมาใช้เป็นสารปรับสภาพ มีความสามารถเพิ่มการดูดซึมสีรีเอกทีฟและสีไดเร็กทีฟได้ เนื่องจากไคโตซานและคาร์บอกซีเมทิลไคโตซานมีหมู่แอมโมเนียม (NH_3^+) ซึ่งแสดงประจุบวกในโครงสร้าง จึงช่วยเพิ่มความสามารถในการดูดซึมสีย้อม แต่อย่างไรก็ตามคาร์บอกซีเมทิลไคโตซานมีการดูดซึมสีน้อยกว่าผ้าที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน เนื่องจากหมู่คาร์บอกซิล (COO^-) ผลักกับประจุลบของสีย้อม นอกจากนี้ผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยสารคาร์บอกซีเมทิลไคโตซานสามารถย้อมติดสีเบสิกซึ่งมีประจุบวกและให้สมบัติความคงทนของสีต่อการซักล้างดี เนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างประจุบวกของสีกับประจุลบของหมู่คาร์บอกซิล ผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยสารทั้งสองชนิดยังสามารถใช้ต้านแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* และ *Escherichia coli* ได้ดีเนื่องจากหมู่อะมิโนของไคโตซาน

Klaykrayat และคณะ [27] ศึกษาการใช้ไคโตซาน อนุพันธ์ของไคโตซาน และพอลิแอมิโดแอมีนเป็นสารตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายให้มีสมบัติต้านแบคทีเรีย ในงานวิจัยนี้ได้นำเสนอการสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนที่มีปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ และใช้ในการดัดแปรไคโตซาน ไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยารวบรวมระหว่างปฏิกิริยารวมตัวแบบไม่เคิลและปฏิกิริยาแอมิเดชันจนได้ไฮเพอร์บรานซ์

เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนที่มีปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ แล้วจึงนำไปทำปฏิกิริยามีทิลเลชันกับ ไดเมทิลซัลเฟตเพื่อให้ได้แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีน โครงสร้างของไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนและแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนตรวจสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี การดัดแปรโคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนเกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของพอลิแอมิโดแอมีนกับหมู่เอมีนของโคโตซานที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 วัน จากปฏิกิริยานี้จะทำให้เกิดพันธะเอไมด์ซึ่งยืนยันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โคโตซานที่ดัดแปรด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนในปริมาณที่มากเกินไปสามารถละลายน้ำได้ในภาวะที่เป็นกลาง การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกและเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันแสดงให้เห็นว่าโคโตซานดัดแปรมีหมู่ที่มีความเกาะก่ติดอยู่กับสายโซ่โมเลกุลโคโตซาน นอกจากนี้ยังพบว่าฟิล์มโคโตซานและโคโตซานที่ดัดแปรด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนสามารถยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ได้ดีมาก อย่างไรก็ตามผ้าฝ้ายที่ผ่านการเคลือบด้วยโคโตซานและโคโตซานโมเลกุลต่ำไม่สามารถยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ได้ นอกจากนี้ยังพบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนและผ้าฝ้ายตกแต่งด้วยโคโตซานร่วมกับแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนมีสมบัติในการยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ได้ดี ทั้งนี้เนื่องมาจากผลของหมู่ประจุบวกของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์เดนไดรติกพอลิแอมิโดแอมีนนั่นเอง

Zhang และคณะ [2] ได้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยโคโตซาน ได้แก่ ความเข้มข้น, น้ำหนักโมเลกุล (9210, 58200, 90800, 113600 และ 158600 ดาลตัน) และร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิล (% degree of deacetylation) (ร้อยละ 69, 74.82, 84.19 และ 92.48) โดยทำการตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยวิธีจุ่มอัด-อบแห้ง-อบนึ่ง พบว่าปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียของโคโตซาน ได้แก่ ความเข้มข้น น้ำหนักโมเลกุล ร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิลของโคโตซานและชนิดของแบคทีเรียที่ใช้ทดสอบ โดยประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียจะเพิ่มขึ้นเมื่อน้ำหนักโมเลกุลและร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิลเพิ่มขึ้น กลไกการทำงานของโคโตซานในการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียเกิดจากการที่ประจุบวกบนสายโซ่โมเลกุลโคโตซานเข้าไปจับกับผนังเซลล์ของแบคทีเรีย ทำให้ไปรบกวนกระบวนการเมแทบอลิซึมของแบคทีเรีย โดยโคโตซานจะไปจับกับดีเอ็นเอบนผิวของแบคทีเรียส่งผลทำให้การสังเคราะห์ mRNA ถูกยับยั้ง และในที่สุดแบคทีเรียจะไม่สามารถสร้าง

โปรตีนได้ จนทำให้เซลล์ตายได้ในที่สุด การใช้ไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลสูงพบว่า มีข้อดีคือ ไคโตซานสามารถเกาะติดผนังบนเซลล์ได้ดีเนื่องจากมีแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals) มากเพียงพอที่ช่วยทำให้ไคโตซานเกาะติดบนเซลล์ได้อย่างคงทน จึงทำให้ประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียยังคงอยู่แม้ผ่านการซักล้างไปแล้ว ในกรณีการใช้ไคโตซานที่มีร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิลต่างกัน พบว่าประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียจะเพิ่มขึ้นเมื่อร้อยละการแทนที่หมู่อะซิทิลเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากมีจำนวนหมู่เอมีนเพิ่มขึ้นซึ่งทำให้มีโอกาสสัมผัสกับเซลล์ของแบคทีเรียมากขึ้นนั่นเอง

Seong และคณะ [31] ได้เตรียมไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำหรือ chito-oligosaccharides (DP = 3 และ 10 : COS I และ II ตามลำดับ) โดยการทำให้พอลิเมอร์ไรเซชันไคโตซานด้วยไฮเดียมไนไตรต์ หลังจากนั้นนำไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ได้ไปอัดรีดลงบนผ้าฝ้ายด้วยวิธีจุ่มอัด-อบแห้ง-อบผนึก พบว่าผ้าที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ร้อยละ 2.4 (ในกรณี COS I และ II) หลังจากผ่านการซัก 50 ครั้งแล้วยังคงมีประสิทธิภาพยับยั้งแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* ได้ถึงร้อยละ 95 และร้อยละ 100 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องมาจากหมู่เอมีนของไคโตซานน้ำหนักโมเลกุลต่ำมีจำนวนเพิ่มขึ้น และในขั้นตอนของการย่อยไคโตซานจะได้หมู่ฟังก์ชันอัลดีไฮด์เกิดขึ้น หมู่ฟังก์ชันนี้สามารถทำปฏิกิริยากับเซลล์ได้ จึงทำให้ไคโตซานโมเลกุลต่ำสามารถยึดเกาะติดกับเซลล์ได้ดี ประสิทธิภาพของการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียจึงมีฤทธิ์อยู่แม้ผ่านการซักล้างหลายๆครั้ง

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการวิจัย

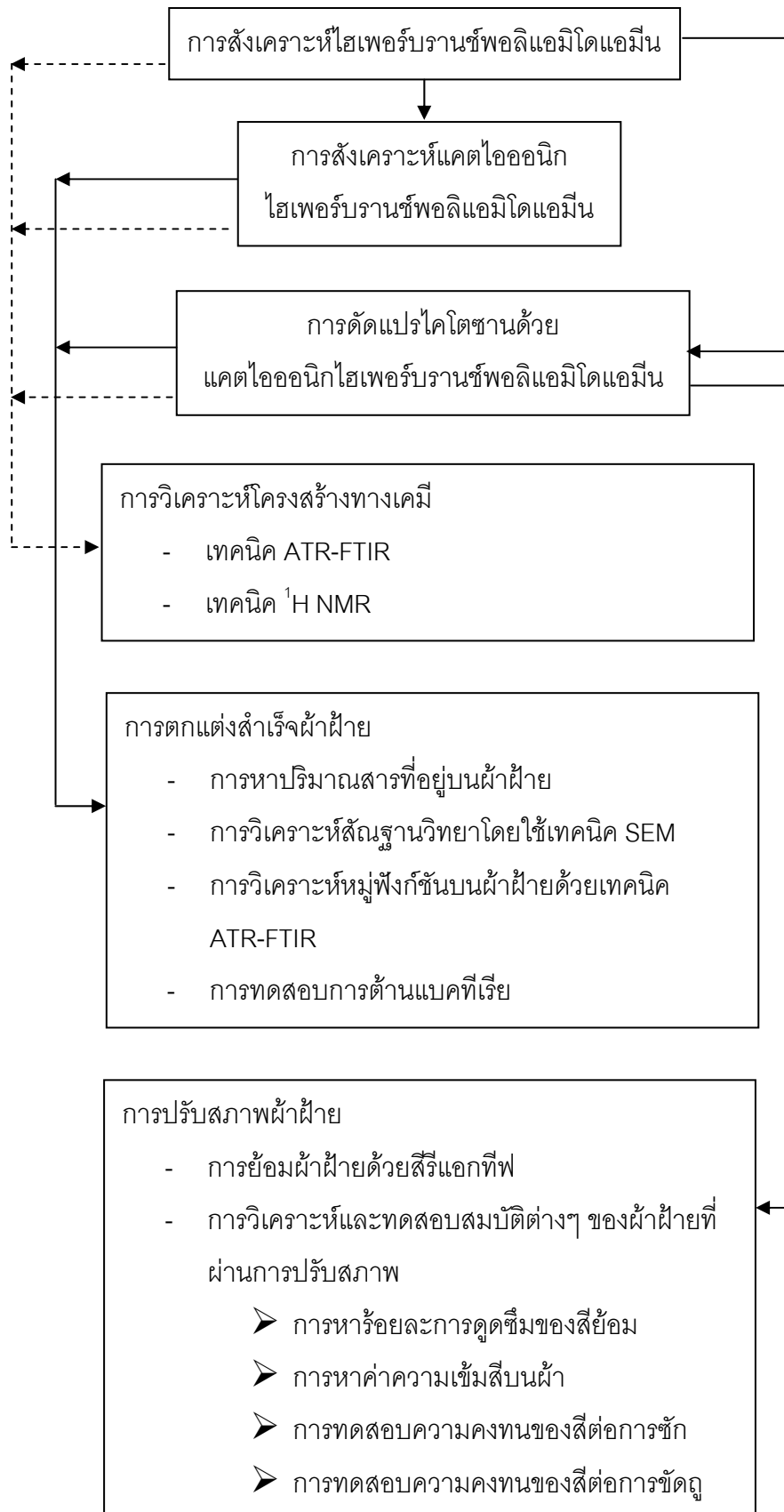
- 3.1.1 เอทิลีนไดเอมีน (Ethylene diamine ($C_2H_8N_2$), Mw = 60.1 g/mol, density = 0.899 g/cm³)
เกรดที่ใช้เป็นเกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อจาก บริษัท Fluka (Switzerland)
- 3.1.2 เมทิลอะคริเลต (Methyl acrylate ($C_4H_6O_2$), Mw = 86.09 g/mol, density = 0.95 g/cm³)
เกรดที่ใช้เป็นเกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อจาก บริษัท Fluka (Switzerland)
- 3.1.3 ไดเมทิลซัลเฟต (Dimethyl sulphate ($C_2H_6O_4S$), Mw = 126.13 g/mol, density = 1.33 g/ml)
เกรดที่ใช้เป็นเกรดการค้า จากบริษัท Modern Dyestuff & Pigment Co., Ltd. (Thailand)
- 3.1.4 เมทานอล (Methanol (CH_4O), Mw = 32.04 g/mol, density = 0.7918 g/cm³) เกรดที่ใช้
เป็นเกรดการค้า ซื้อจาก บริษัท แล็บชีสเต็มส์ จำกัด
- 3.1.5 กรดแอสिटิก (Acetic acid ($C_2H_4O_2$), Mw = 60.05 g/mol, density = 1.049 g/cm³) เกรด
ที่ใช้เป็นเกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อจาก บริษัท แล็บชีสเต็มส์ จำกัด
- 3.1.6 ไคโตซาน (chitosan) น้ำหนักโมเลกุล 52,000 และมี % Deacetylation degree อยู่ที่
92.38% ซื้อจากบริษัท A.N.LAB (Aquatic Nutrition Lab) Ltd.
- 3.1.7 น้ำปราศจากไอออน (Deionized water) หรือน้ำ DI
- 3.1.8 ผ้าฝ้ายทอลายขัด (Plain weave cotton fabric) ที่ผ่านการทำความสะอาดและฟอกขาว
(20 g/m²)
- 3.1.9 สีย้อมที่ฟ Hiclon Red HE-3B (Reactive Red 120) จากบริษัท Phisit Intergroup Co., Ltd.
(Thailand)
- 3.1.10 สารซักล้าง (Nonionic soaping agent) จากบริษัท Phisit Intergroup Co., Ltd.
(Thailand)
- 3.1.11 โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfate anhydrous (Na_2SO_4), Mw = 142.04 g/mol density =
2.664 g/cm³) เกรดที่ใช้เป็นเกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อจาก บริษัท Ajax Finechem
- 3.1.12 โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate anhydrous (Na_2CO_3), Mw = 105.9784 g/mol,
density = 2.54 g/cm³) เกรดที่ใช้เป็นเกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อจาก บริษัท Ajax
Finechem
- 3.1.13 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide (NaOH), Mw = 39.9971 g/mol, density =
2.13 g/cm³) เกรดที่ใช้เป็นเกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อจาก บริษัท Ajax Finechem

- 3.1.14 สารซักฟอกที่ไม่มีสารเรืองแสง (SDC detergent ECE phosphate (B)) เกรดที่ใช้เป็น เกรดสำหรับห้องทดลอง ซื้อมาจาก บริษัท James H. Heal

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- 3.2.1 เครื่อง Evaporator (Buchi Switzerland)
- 3.2.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) รุ่น Nicolet 6700 ตั้งอยู่ที่อาคารแถบนิลละนิธิ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- 3.2.3 เครื่องจุ่มอัดแบบลูกกลิ้ง (Padder, Labtec, Newave Lab. Equipment Co., Ltd.)
- 3.2.4 เครื่องอบแห้ง (Stenter, Rapid, Labortex Co., Ltd.)
- 3.2.5 เครื่องย้อมสีตัวอย่าง (Dyeing machine, Labtec, Newave Lab. Equipment Co., Ltd.)
- 3.2.6 เครื่อง UV-VIS spectrophotometer (SPECORD S 100, Standard lighting cabinet)
- 3.2.7 เครื่องวัดสี (Reflectance spectrophotometer, Macbeth® color-EYE®7000)
- 3.2.8 เครื่องทดสอบความคงทนสีต่อการซักล้าง (Gyrowash, James H. Heal & Co.Ltd.)
- 3.2.9 เครื่องทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถู (AATCC Crockmeter, CM-1, Atlas Electric Devices Co.)
- 3.2.10 ตู้ไฟมาตรฐาน (Veri Vide CAC60)
- 3.2.11 เครื่องวัดความเป็นกรดเป็นด่าง (pH meter)
- 3.2.12 นาฬิกาจับเวลา
- 3.2.13 เครื่องชั่งระบบอินฟราเรด (Infrared moisture determination balance, AD-4715)
- 3.2.14 ตาชั่งละเอียด

3.3 ขั้นตอนการทดลอง



3.4 การสังเคราะห์ไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน

ในการทดลองนี้ได้ทำการสังเคราะห์ไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน (PAMAM) ด้วยวิธีการ divergent ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ เริ่มจากปฏิกิริยาการรวมตัวแบบไมเคิล โดยใช้เมทิลอะคริเลต (MA) ในสัดส่วนมากเกินพอ ทำปฏิกิริยากับเอทิลีนไดเอมีน (EDA) โดยหมู่เอมีนของ EDA จะเข้าไปทำปฏิกิริยาการรวมตัวตรงตำแหน่งพันธะคู่ของ MA ได้เป็น G-0.5PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ (PAMAM-ester) ในขั้นที่สอง นำเอา G-0.5PAMAM ที่ได้ไปทำปฏิกิริยาแอมิเดชันกับ EDA ในสัดส่วนมากเกินพอ ในขั้นตอนนี้หมู่เอมีนของ EDA จะไปทำปฏิกิริยาตรงตำแหน่งหมู่ปลายเอสเทอร์ของ G-0.5PAMAM จนสมบูรณ์ ได้เป็น G0.0PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เอมีน

3.4.1 การสังเคราะห์ G-0.5PAMAM

การสังเคราะห์ G-0.5PAMAM จากปฏิกิริยาการรวมตัวแบบไมเคิล โดยซัง MA 350 กรัม (4.069 โมล) และเมทานอล 200 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 0 องศาเซลเซียส และกวนตลอดเวลา หลังจากนั้นจึงค่อยๆ หยด EDA 50 กรัม (0.833 โมล) ในเมทานอล 200 มิลลิลิตร ลงไป กวนของผสมให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้น กวนของผสมอย่างต่อเนื่องเป็นเวลานาน 48 ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิไม่เกินอุณหภูมิห้อง กำจัดตัวทำละลาย และ MA มากเกินพอ โดยใช้เครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน (rotary evaporator) ภายใต้การลดความดัน (180 มิลลิบาร์) และอุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส

3.4.2 การสังเคราะห์ G0.0PAMAM

การสังเคราะห์ G0.0PAMAM จากปฏิกิริยาแอมิเดชัน โดยซัง EDA 130 กรัม (2.163 โมล) และเมทานอล 300 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 0 องศาเซลเซียส และกวนตลอดเวลา หลังจากนั้นจึงค่อยๆ หยด G-0.5PAMAM 200 กรัม (0.495 โมล) ในเมทานอล 100 มิลลิลิตร ลงไป กวนของผสมให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้น กวนของผสมอย่างต่อเนื่องเป็นเวลานาน 72 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง กำจัดตัวทำละลาย และ EDA มากเกินพอ โดยใช้เครื่อง rotary evaporator ภายใต้การลดความดัน (180 มิลลิบาร์) และอุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค ATR-FTIR และ เทคนิค $^1\text{H NMR}$

ต่อมาได้ทำการสังเคราะห์ PAMAM รุ่น (generation) สูงขึ้นโดยทำปฏิกิริยารวซ้ำระหว่างปฏิกิริยาการรวมตัวแบบไมเคิลและปฏิกิริยาแอมิเดชัน ดังรายละเอียดที่กล่าวมาข้างต้น จนได้ PAMAM ที่มีรุ่นตามต้องการ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ PAMAM-ester จำนวน 5 รุ่น

คือ G-0.5PAMAM, G0.5PAMAM, G1.5PAMAM, G2.5PAMAM และ G3.5PAMAM ปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ PAMAM รุ่นต่างๆ

รุ่น	ปริมาณสารเคมีที่ใช้ (กรัม)		
	MA	EDA	PAMAM
G-0.5	350 (4.069 โมล)	50 (0.833 โมล)	-
G0.0	-	130 (2.163 โมล)	G-0.5: 200 (0.495 โมล)
G0.5	333 (3.868 โมล)	-	G0.0: 200 (0.388 โมล)
G1.0	-	88 (1.464 โมล)	G0.5: 200 (0.166 โมล)
G1.5	241 (2.799 โมล)	-	G1.0: 200 (0.140 โมล)
G2.0	-	65 (1.082 โมล)	G1.5: 200 (0.071 โมล)
G2.5	212 (2.463 โมล)	-	G2.0: 200 (0.062 โมล)
G3.0	-	70 (1.165 โมล)	G2.5: 200 (0.033 โมล)
G3.5	87 (1.011 โมล)	-	G3.0: 100 (0.014 โมล)

3.5 การสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน

แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน (cationic PAMAM-ester) สังเคราะห์ได้จากการนำ PAMAM-ester มาทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับไดเมทิลซัลเฟต (DMS) โดยเตรียม G-0.5PAMAM 20 กรัม (0.0495 โมล) และเมทานอล 20 มิลลิลิตร ใส่ลงในปิกเกอร์ หลังจากนั้นจึงค่อยๆ หยด DMS 12.49 กรัม (0.0990 โมล) ลงไป กวนของผสมตลอดเวลาและควบคุมอุณหภูมิไม่เกินอุณหภูมิห้อง กวนส่วนผสมที่ได้อย่างต่อเนื่องเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปอบในตู้อบเพื่อระเหยตัวทำละลายออก ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างของ cationic PAMAM-ester ด้วยเทคนิค ATR-FTIR และ เทคนิค ^1H NMR

ถ้าต้องการสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester ที่มีรุ่นสูงขึ้นก็ทำปฏิกิริยาในทำนองเดียวกันโดยเปลี่ยนจาก G-0.5PAMAM เป็น G0.5PAMAM, G1.5PAMAM, G2.5PAMAM และ G3.5PAMAM แทน โดยปริมาณของ DMS และเมทานอลแสดงรายละเอียดไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ

รุ่น	ปริมาณสารเคมีที่ใช้ (กรัม)		
	PAMAM	DMS	Methanol
G-0.5	20 (0.0495 โมล)	12.49 (0.0990 โมล)	20
G0.5	20 (0.0166 โมล)	12.57 (0.0997 โมล)	20
G1.5	20 (0.0071 โมล)	12.60 (0.0999 โมล)	20
G2.5	20 (0.0033 โมล)	12.60 (0.0999 โมล)	20
G3.5	20 (0.0016 โมล)	12.61 (1 โมล)	20

3.6 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของไฮเพอร์-branched พอลิเอมีโดเอมีน และแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิเอมีโดเอมีน

3.6.1 เทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ทำการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของ PAMAM และ cationic PAMAM-ester ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) รุ่น Nicolet 6700 ด้วยเทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (ATR-FTIR) โดยกำหนดความยาวคลื่นของสเปกตรัมที่ได้ระหว่าง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ใช้จำนวนสแกน 64 ครั้ง มีค่าความละเอียด (resolution) เป็น 4.0



รูปที่ 3.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR)

3.6.2 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

ทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมีของ PAMAM และ cationic PAMAM-ester ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี ($^1\text{H NMR}$) ใช้ Deuterium oxide (D_2O) เป็นตัวทำละลาย หน่วยของเคมีคัลชฟต์คือ ppm ใช้สัญญาณของพีคเมทิลของสารชื่อเทตระเมทิลไซเลน

(TMS) เป็นค่าอ้างอิงซึ่งมีค่าเคมีคัลชิฟต์เป็นศูนย์ ด้วยเครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโตรมิเตอร์รุ่น Bruker DPX-300



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.2 เครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโตรมิเตอร์รุ่น Bruker DPX-300 (ก) ถังใส่แม่เหล็กของเครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโตรมิเตอร์ (ข) หลอดใส่สารตัวอย่าง

3.7 การดัดแปรไคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดแอมิน

การดัดแปรไคโตซานด้วย cationic PAMAM-ester เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของ PAMAM-ester กับหมู่เอมีนของไคโตซาน โดยการทดลองเริ่มจากการเตรียมไคโตซาน ละลายไคโตซาน 2.5 กรัม (0.0155 โมล กลูโคซามีน (glucosamine)) ใน 0.5% w/v กรดแอสติค ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ตกตะกอนไคโตซานด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรองเอาตะกอนไคโตซานและล้างด้วยน้ำจนเป็นกลาง ล้างตะกอนไคโตซานด้วยเมทานอลเพื่อกำจัดน้ำออกจนหมด นำตะกอนทั้งหมดขณะที่ยังเปียกอยู่กระจายใน G-0.5PAMAM 6.2733 กรัม (0.0155 โมล) กวนของผสมให้เกิดปฏิกิริยานาน 5 วัน หลังจากนั้นจึงค่อยๆ หยด DMS 3.9171 กรัม (0.0311 โมล) ลงไป กวนของผสมให้เกิดปฏิกิริยานาน 3 วัน กำจัดตัวทำละลายออก โดยใช้เครื่อง rotary evaporator ภายใต้การลดความดัน (180 มิลลิบาร์) และอุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ตรวจสอบโครงสร้างของ cationic PAMAM-CTS ด้วยเทคนิค ATR-FTIR และ เทคนิค ^1H NMR

ถ้าต้องการสังเคราะห์ cationic PAMAM-CTS ที่มีรุ่นสูงขึ้นไปก็ทำปฏิกิริยาในทำนองเดียวกันโดยเปลี่ยนจาก G-0.5PAMAM เป็น G0.5PAMAM, G1.5PAMAM และ G2.5PAMAM แทน โดยปริมาณของ DMS แสดงรายละเอียดไว้ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการดัดแปรโคโตซานด้วย cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ

รุ่น	ปริมาณสารเคมีที่ใช้ (กรัม)		
	โคโตซาน	PAMAM	DMS
G-0.5	2.5 (0.0155 โมล)	6.2733 (0.0155 โมล)	3.9171 (0.0311 โมล)
G0.5	2.5 (0.0155 โมล)	18.6957 (0.0155 โมล)	11.7513 (0.0932 โมล)
G1.5	2.5 (0.0155 โมล)	43.5404 (0.0155 โมล)	27.4196 (0.2174) โมล)
G2.5	2.5 (0.0155 โมล)	93.2298 (0.0155 โมล)	58.7562 (0.4658 โมล)

3.8 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของโคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน

3.8.1 เทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ทำการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) รุ่น Nicolet 6700 ด้วยเทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (ATR-FTIR) โดยกำหนดความยาวคลื่นของสเปกตรัมที่ได้ระหว่าง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ใช้จำนวนสแกน 64 ครั้ง มีค่าความละเอียด (resolution) เป็น 4.0

3.8.2 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

ทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมีโคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี ($^1\text{H NMR}$) ใช้ Deuterium oxide (D_2O) เป็นตัวทำละลาย หน่วยของเคมีคัลชิฟต์คือ ppm ใช้สัญญาณของพิกเมนต์ของสารชื่อเททระเมทิลไซเลน (TMS) เป็นค่าอ้างอิงซึ่งมีค่าเคมีคัลชิฟต์เป็นศูนย์ ด้วยเครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโตรมิเตอร์รุ่น Bruker DPX-300

3.9 การตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยโคโตซาน

ตัดผ้าฝ้ายขนาด 15×30 เซนติเมตรหนัก 5 กรัม และเตรียมสารละลายโคโตซานที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 (2% w/v) ในสารละลายกรดแอสติค 0.5% w/v นำผ้าที่ตัดไว้ไปจุ่ม-บีบอัดโดยใช้เครื่อง padder ดังรูปที่ 3.3 กำหนดแรงอัดในการบีบเพื่อให้ได้ร้อยละน้ำหนักเปียกที่ 100

(% wet pick-up) หลังจากนั้นนำเข้าเครื่อง stenter ดังรูปที่ 3.4 เพื่อทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบแห้ง 5 นาที ทำการอบผึ่งอีกครั้งโดยใช้เครื่อง stenter ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบผึ่ง 3 นาที ล้างผ้าด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและผึ่งลมให้แห้ง



รูปที่ 3.3 เครื่องจุ่มอัดแบบลูกกลิ้ง (Padder)



รูปที่ 3.4 เครื่องอบแห้ง (Stenter)

3.10 การตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน-โคโตซาน

ตัดผ้าฝ้ายขนาด 15 x 30 เซนติเมตร หนัก 5 กรัม เตรียมสารละลาย cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 (2% w/v) โดยปรับค่า pH ของสารละลายด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตให้มีค่า pH เท่ากับ 6.5 นำผ้าที่ตัดไว้ไป จุ่ม-บีบอัดโดยใช้เครื่อง padder กำหนดแรงอัดในการบีบเพื่อให้ได้ร้อยละน้ำหนักเปียกที่ 100 (% wet pick-up) หลังจากนั้นนำเข้าเครื่อง stenter เพื่อทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบแห้ง 5 นาที และทำการอบผึ่งอีกครั้งโดยใช้เครื่อง stenter ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบผึ่ง 3 นาที ล้างผ้าด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและผึ่งลมให้แห้ง

3.11 การตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน

ตัดผ้าฝ้ายขนาด 15 x 30 เซนติเมตร หนัก 5 กรัม เตรียมสารละลาย cationic PAMAM-ester ที่ความเข้มข้นร้อยละ 5 (5% w/v) นำผ้าที่ตัดไว้ไป จุ่ม-บีบอัดโดยใช้เครื่อง padder กำหนดแรงอัดในการบีบเพื่อให้ได้ร้อยละน้ำหนักเปียกที่ 100 (% wet pick-up) หลังจากนั้นนำไปหมักที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ล้างผ้าด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและผึ่งลมให้แห้ง

3.12 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยโคโคซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน-โคโคซาน

3.12.1 การหาปริมาณสารที่อยู่บนผ้าฝ้าย

การหาปริมาณสารที่อยู่บนผ้าฝ้าย เป็นการวัดปริมาณสารที่ตกแต่งบนผ้าฝ้าย โดยนำผ้าฝ้ายทั้งก่อนและหลังตกแต่งสำเร็จไปชั่งน้ำหนักที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ซึ่งเป็นน้ำหนักหลังไล่ความชื้นแล้วด้วยเครื่องชั่งระบบอินฟราเรด (Infrared moisture determination balance) ดังรูปที่ 3.5 ค่าผลต่างของน้ำหนักผ้าก่อนและหลังตกแต่งสำเร็จจะนำไปคำนวณหาร้อยละของน้ำหนักสารบนผ้า (%add-on) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 3.1



รูปที่ 3.5 เครื่องชั่งระบบอินฟราเรด (Infrared moisture determination balance)

$$\%add-on = \frac{\text{น้ำหนักผ้าหลังตกแต่งสำเร็จ} - \text{น้ำหนักผ้าก่อนตกแต่งสำเร็จ}}{\text{น้ำหนักผ้าก่อนตกแต่งสำเร็จ}} \times 100 \dots\dots 3.1$$

3.12.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron micro scope) ดังรูปที่ 3.6 เพื่อวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยโคโคซาน และ cationic PAMAM-CTS เทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ



รูปที่ 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron micro scope)

3.12.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผ้าฝ้ายด้วยเทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ทำการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) รุ่น Nicolet 6700 ด้วยเทคนิคเอทีอาร์-ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (ATR-FTIR) โดยกำหนดความยาวคลื่นของสเปกตรัมที่ได้ระหว่าง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ใช้จำนวนสแกน 64 ครั้ง มีความละเอียด (resolution) เป็น 4.0

3.12.4 การทดสอบการต้านแบคทีเรีย

การทดสอบความต้านเชื้อจุลินทรีย์ (Antibacterial Finishes on textile Material) ตามมาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบคือ AATCC Test Method 100-2004 โดยวิธี Shake Flask Method หลักการคือ ตัดผ้าชิ้นทดสอบเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.8 ± 0.1 เซนติเมตร จำนวนชิ้นทดสอบขึ้นอยู่กับชนิดของเส้นใยและโครงสร้างของผ้า โดยใช้จำนวนชิ้นทดสอบให้เพียงพอที่จะดูดซับสารละลายที่มีเชื้อแบคทีเรียทดสอบปริมาตร 1 ± 0.1 มิลลิลิตร นำชิ้นทดสอบไปผ่านการทำไร้อากาศ ใส่เชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* 1 ± 0.1 มิลลิลิตร (จำนวนแบคทีเรีย $1-2 \times 10^5$ cfu/ml) ลงบนชิ้นทดสอบ 2 ประเภท คือ ชิ้นทดสอบที่ไม่ตกแต่งด้วยสารต้านแบคทีเรีย และชิ้นทดสอบที่ตกแต่งด้วยสารต้านแบคทีเรีย บ่มเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในขวดแก้วปากกว้างที่ผ่านการทำไร้อากาศปิดฝาขวดให้แน่น แยกแบคทีเรียออกจากชิ้นทดสอบโดยการเขย่าในสารละลายสำหรับปรับสภาพให้เป็นกลาง 100 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 นาที แบ่งสารละลายในขวดมาเจือจางเป็นลำดับ ด้วยน้ำกลั่นหรือสารละลายปรับสภาพให้เป็นกลาง และเพาะเชื้อบนจานอาหารวุ้นเพาะเชื้อ ส่วนมากระดับการเจือจางที่เหมาะสมคือ 10^0 10^1 และ 10^2 เท่า นำจานอาหารวุ้นเพาะเชื้อไปบ่มเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง นับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียตัวอย่าง และคำนวณจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่ลดลงเป็นร้อยละ (% reduction) ตามสมการที่ 3.2

$$R = 100(C-A)/C \dots\dots\dots 3.2$$

เมื่อ R คือ จำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่ลดลง เป็นร้อยละ

A คือ จำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่นับได้จากขั้นตอนทดสอบที่ตกแต่งด้วยสารต้านแบคทีเรียซึ่งบ่มเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

C จำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่นับได้จากขั้นตอนทดสอบที่ไม่ตกแต่งด้วยสารต้านแบคทีเรียซึ่งมีเวลาสัมผัสเชื้อเท่ากับศูนย์

3.13 การปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยไคโตซาน

ตัดผ้าฝ้ายขนาด 15×30 เซนติเมตรหนัก 5 กรัม และเตรียมสารละลายไคโตซานที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 (2% w/v) ในสารละลายกรดแอสซิติค 0.5% w/v นำผ้าที่ตัดไว้ไป จุ่ม-บีบอัดโดยใช้เครื่อง padder กำหนดแรงอัดในการบีบเพื่อให้ได้ร้อยละน้ำหนักเปียกที่ 100 (% wet pick-up) หลังจากนั้นนำเข้าเครื่อง stenter เพื่อทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบแห้ง 5 นาที ทำการอบผนึกอีกครั้งโดยใช้เครื่อง stenter ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบผนึก 3 นาที ล้างผ้าด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและผึ่งลมให้แห้ง

3.14 การปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีน-ไคโตซาน

ตัดผ้าฝ้ายขนาด 15×30 เซนติเมตรหนัก 5 กรัม และเตรียมสารละลาย cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ ร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 (2, 4, 6, 8 และ 10% w/v) โดยปรับค่า pH ของสารละลายด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตให้มีค่า pH เท่ากับ 6.5 นำผ้าที่ตัดไว้ไป จุ่ม-บีบอัดโดยใช้เครื่อง padder กำหนดแรงอัดในการบีบเพื่อให้ได้ร้อยละน้ำหนักเปียกที่ 100 (% wet pick-up) หลังจากนั้นนำเข้าเครื่อง stenter เพื่อทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบแห้ง 5 นาที ทำการอบผนึกอีกครั้งโดยใช้เครื่อง stenter ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบผนึก 3 นาที ล้างผ้าด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและผึ่งลมให้แห้ง

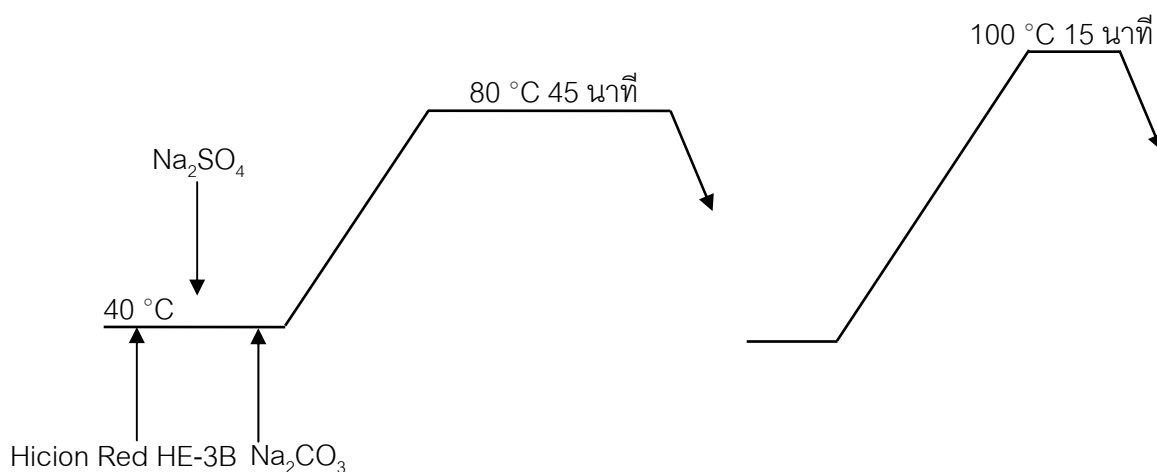
3.15 การย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีแอกทีฟ

นำผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มาย้อมด้วยสีรีแอกทีฟ Hiclon Red-HE-3B ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 ของน้ำหนักผ้า (1% o.w.f.) ด้วยเครื่องย้อมสีตัวอย่าง (รูปที่ 3.8) สารเคมีที่ใช้ในการย้อมแสดงดัง

ตารางที่ 3.4 กำหนดอัตราส่วนวัสดุต่อน้ำ 1:20 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการย้อม 45 นาที นำผ้าออกจากกระบอกล้อมแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น ต่อด้วยการต้มซักผ้าที่ผ่านการย้อมในสารละลายซักล้าง กำหนดอัตราส่วนวัสดุต่อน้ำซักล้าง 1:50 สารซักล้างชนิดไม่มีประจุ 5 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ล้างผ้าที่ผ่านการซักล้างด้วยน้ำกลั่นทำให้แห้งก่อนนำผ้าไปทดสอบต่อไป ขั้นตอนการย้อมแสดงดังรูปที่ 3.7

ตารางที่ 3.4 ปริมาณเกลือ และด่างของสี Hiclon Red-HE-3B

ระดับเจดสี (o.w.f.)	เกลือโซเดียมซัลเฟต (กรัมต่อลิตร)	โซเดียมคาร์บอเนต (กรัมต่อลิตร)
1	20	20
1	0	20



รูปที่ 3.7 กระบวนการย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีแอกทีฟ



รูปที่ 3.8 เครื่องย้อมสีตัวอย่าง (Dyeing machine)

3.16 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดเอมีน-ไคโตซาน

3.16.1 การหาร้อยละการดูดซึมของสีย้อม

การหาร้อยละการดูดซึมของสีย้อม (Exhaustion, %E) โดยเก็บตัวอย่างน้ำสีก่อนย้อมและหลังย้อมมาทำการเจือจางด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วนที่เท่ากันทุกตัวอย่างน้ำสี (เจือจางลง 10 เท่า) แล้วนำตัวอย่างน้ำสีเจือจางไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดของสี Hiclon Red-HE-3B ด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer ดังรูปที่ 3.9 ร้อยละการดูดซึมของสี (%E) สามารถคำนวณได้โดยอาศัยสมการที่ 3.3

$$\%E = 100 \times [1 - (A_1/A_0)] \dots\dots\dots 3.3$$

เมื่อ A_0 คือ ค่าการดูดกลืนแสงของน้ำสีย้อมที่เก็บก่อนการย้อม
 A_1 คือ ค่าการดูดกลืนแสงของน้ำสีย้อมที่เก็บหลังการย้อม



รูปที่ 3.9 เครื่อง UV-VIS spectrophotometer

3.16.2 การหาค่าความเข้มสีบนผ้า

การวัดค่าความเข้มสีของผ้าหลังการย้อมจะแสดงเป็นค่า K/S โดยอาศัยเครื่องวัดสี (Reflectance spectrophotometer) ดังรูปที่ 3.10 ค่า K/S คือค่าที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและค่าการสะท้อนแสงในแต่ละช่วงความยาวคลื่น ซึ่งกราฟจะแปรผกผันกับค่าการสะท้อนแสง ถ้าค่า K/S สูงแสดงว่าผ้ามีสีเข้ม ค่า K/S ต่ำแสดงว่าผ้ามีสีอ่อน ซึ่งค่า K/S คำนวณได้จาก Kubelka Munk equation ตามสมการที่ 3.4

$$K/S = (1-R^2)/2R \dots\dots\dots 3.4$$

เมื่อ K คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (absorption coefficient)
 S คือ สัมประสิทธิ์การกระเจิงแสง (scattering coefficient)
 R คือ ค่าการสะท้อนแสงของผ้าตัวอย่าง ณ ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนสูงสุด (reflectance)



รูปที่ 3.10 เครื่องวัดสี (Reflectance spectrophotometer)

โดยนำผ้าหลังการย้อมมาวัด เพื่อเปรียบเทียบค่า K/S ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพสภาพด้วยไคโตซาน และผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS โดยวัดสีที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร

3.16.3 การทดสอบความคงทนของสีต่อการซัก

การทดสอบความคงทนของสีต่อการซัก (Color fastness to domestic and commercial laundering) เพื่อประเมินความคงทนของสีของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS สามารถทดสอบได้ตามมาตรฐานการทดสอบ ISO 105-C06:2010 (A1M) เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบคือ Gyrowash (รูปที่ 3.11) การทดสอบนี้จะเป็นการวัดค่าการเปลี่ยนแปลงสีของชิ้นทดสอบ และการติดเบื้อนสีบนผ้าฝ้ายขาวด้วยเกรย์สเกล (Grey scale for assessing change in color และ Grey scale for assessing staining)



รูปที่ 3.11 เครื่องทดสอบความคงทนสีต่อการซักล้าง (Gyrowash)

วิธีการทดสอบทำโดยตัดชิ้นทดสอบเป็นสี่เหลี่ยมขนาด 40 x 100 มิลลิเมตร แล้วประกบด้วยผ้าฝ้ายขาวขนาด 40 x 100 มิลลิเมตร เย็บติดกันที่ด้านสั้นเพียงด้านเดียว นำมาซักในสารละลาย Detergent ที่ไม่มีสารเรืองแสง 4 กรัม ต่อ ลิตร ปริมาตร 150 มิลลิลิตร ลูกเหล็กกลม 10 ลูก อุณหภูมิที่ใช้ในการซัก 40 ± 2 องศาเซลเซียส เวลาในการซัก 45 นาที เมื่อซักเสร็จนำชิ้นทดสอบมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน 2 ครั้ง ผึ่งลมให้แห้งโดยแขวนตากและไม่ให้ผ้าสองชิ้นประกบกัน ประเมินการเปลี่ยนแปลงสีของชิ้นทดสอบ และการติดเปื้อนสีบนผ้าฝ้ายขาว โดยเทียบกับชิ้นทดสอบและผ้าฝ้ายขาวก่อนการทดสอบ โดยใช้เกรย์สเกลในตู้ไฟมาตรฐานและใช้หลอดไฟ D65 โดยระดับการเปลี่ยนแปลงของสีผ้าที่วัดด้วยเกรย์สเกล (Grey Scale for Color Change) แบ่งระดับออกเป็นดังนี้

ระดับ 5	เฉดสีไม่มีการเปลี่ยนแปลง
ระดับ 4-5	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย
ระดับ 4	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงน้อย
ระดับ 3-4	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงน้อยถึงปานกลาง
ระดับ 3	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงปานกลาง
ระดับ 2-3	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงปานกลางถึงมาก
ระดับ 2	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงมาก
ระดับ 1-2	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงมากถึงมากที่สุด
ระดับ 1	เฉดสีมีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุด

3.16.4 การทดสอบความคงทนของสีต่อการขูดถู

การทดสอบความคงทนของสีต่อการขูดถู (Colorfastness to Crocking) เป็นการทดสอบเพื่อหาปริมาณของสีที่เคลื่อนตัวจากผิวหน้าของผ้าที่มีสีไปยังผิวหน้าของวัสดุอื่นๆ (ผ้าฝ้าย

ชุดมาตรฐาน) โดยนำชิ้นทดสอบมาขัดถูด้วยผ้าฝ้ายชุดมาตรฐาน (Crockmeter Test Cloth) ในสถานะแห้งและสถานะเปียกโดยน้ำ สามารถทดสอบได้ตามมาตรฐานการทดสอบ AATCC Test Method 8-2007 ด้วยเครื่อง AATCC Crockmeter แสดงในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 เครื่องทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถู (AATCC Crockmeter)

วิธีการทดสอบโดยเตรียมชิ้นทดสอบอย่างน้อย 50 x 130 มิลลิเมตร มาวางที่ฐานของเครื่องทดสอบให้ด้านยาวของชิ้นทดสอบอยู่ในแนวขัดถูแล้วยึดให้แน่น นำผ้าฝ้ายชุดมาตรฐานที่ผ่านการปรับสถานะแล้ว (ผ้าฝ้ายฟอกขาว) ขนาด 50 x 50 มิลลิเมตร แห้งหรือเปียกชุ่มแห้งแล้วขัดถูบนเครื่อง แล้วทำการขัดถูไปกลับจำนวน 10 รอบ (ไป 10 ครั้ง กลับ 10 ครั้ง) นำผ้าฝ้ายชุดมาตรฐานไปประเมินค่าการเปลี่ยนสีเทียบกับผ้าฝ้ายชุดมาตรฐานที่ไม่ได้ขัดถูโดยใช้เกรย์สเกล (AATCC Grey Scale for Color Staining) ในตู้ไฟมาตรฐานและใช้หลอดไฟ D65 โดยเกรดการติดเปลี่ยนสีอธิบายดังนี้

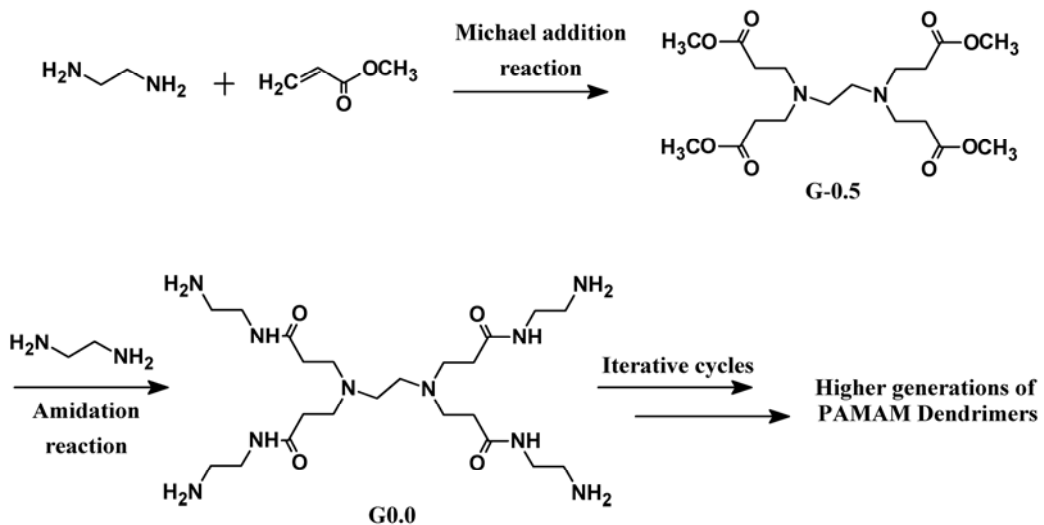
ระดับ 5	ไม่มีการเปลี่ยนติดสี
ระดับ 4-5	มีการเปลี่ยนติดสีเล็กน้อย
ระดับ 4	มีการเปลี่ยนติดสีน้อย
ระดับ 3-4	มีการเปลี่ยนติดสีน้อยถึงปานกลาง
ระดับ 3	มีการเปลี่ยนติดสีปานกลาง
ระดับ 2-3	มีการเปลี่ยนติดสีปานกลางถึงมาก
ระดับ 2	มีการเปลี่ยนติดสีมาก
ระดับ 1-2	มีการเปลี่ยนติดสีมากถึงมากที่สุด
ระดับ 1	มีการเปลี่ยนติดสีมากที่สุด

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

4.1 การสังเคราะห์ไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน

ในการทดลองนี้ได้ทำการสังเคราะห์ PAMAM ด้วยวิธีการ divergent ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ เริ่มจากปฏิกิริยาการรวมตัวแบบไมเคิล โดยใช้ MA (ในสัดส่วนมากเกินพอ) ทำปฏิกิริยากับ EDA โดยหมู่เอมีนของ EDA จะเข้าไปทำปฏิกิริยาการรวมตัวตรงตำแหน่งพันธะคู่ของ MA ได้เป็น G-0.5PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นเมทิลเอสเทอร์ (PAMAM-ester) จำนวน 4 หมู่ ในขั้นที่สอง นำเอา G-0.5PAMAM ที่ได้ไปทำปฏิกิริยาเอมิเดชันกับ EDA (ในสัดส่วนมากเกินพอ) ในขั้นตอนนี้หมู่เอมีนของ EDA จะไปทำปฏิกิริยาตรงตำแหน่งหมู่ปลายเอสเทอร์ของ G-0.5PAMAM จนสมบูรณ์ ได้เป็น G0.0PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เอมีนจำนวน 4 หมู่ สมการในการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.1

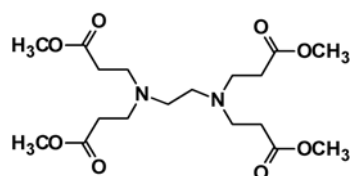


รูปที่ 4.1 การสังเคราะห์ PAMAM dendrimers ด้วยวิธีการ divergent

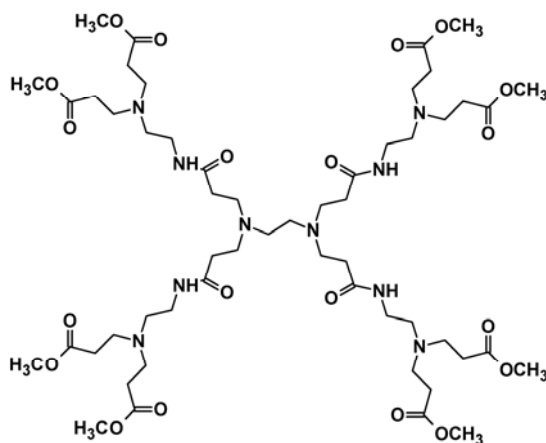
ต่อมาได้ทำการสังเคราะห์ PAMAM รุ่นสูงขึ้นคือ G0.5PAMAM, G1.5PAMAM, G2.5PAMAM และ G3.5PAMAM โดยทำปฏิกิริยาระหว่างปฏิกิริยาการรวมตัวแบบไมเคิลและปฏิกิริยาเอมิเดชัน ดังรายละเอียดที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งจะได้ PAMAM รุ่นต่างๆที่มีลักษณะโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 4.2

การทำให้สามารถยืนยันได้อย่างแน่นอนว่าปฏิกิริยาในแต่ละขั้นตอนเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ สามารถติดตามได้โดยทำการวิเคราะห์หมู่ปลายเมทิลเอสเทอร์ในขั้นตอนของปฏิกิริยาเอมิเดชัน (G0.0, G1.0, G2.0 และ G3.0) ซึ่งถ้าไม่ปรากฏหลักฐานของหมู่เมทิลเอสเทอร์หลงเหลืออยู่

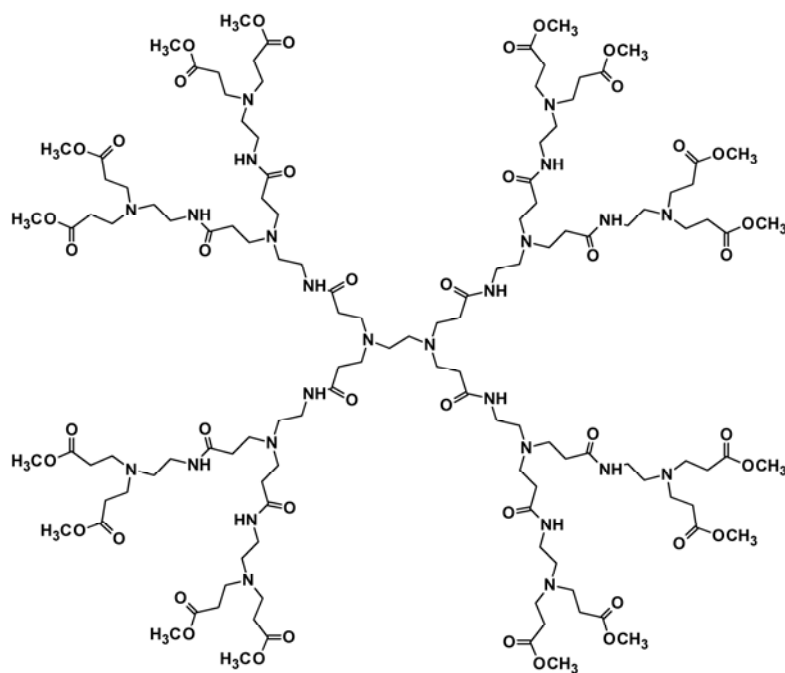
แสดงว่าปฏิกิริยาแอมิเดชันเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ เทคนิคที่นำมาวิเคราะห์หาหมู่เมทิลเอสเทอร์ใน
 โครงการวิจัยนี้ คือเทคนิค ATR-FTIR และนอกจากนี้ยังได้ใช้เทคนิค ^1H NMR เพื่อวิเคราะห์
 โครงสร้างทางเคมีของ PAMAM-ester ที่ได้อีกด้วย ผลการวิเคราะห์ที่ได้ ได้แสดงรายละเอียดใน
 หัวข้อ 4.1.1 และ ในหัวข้อ 4.1.2 ตามลำดับ



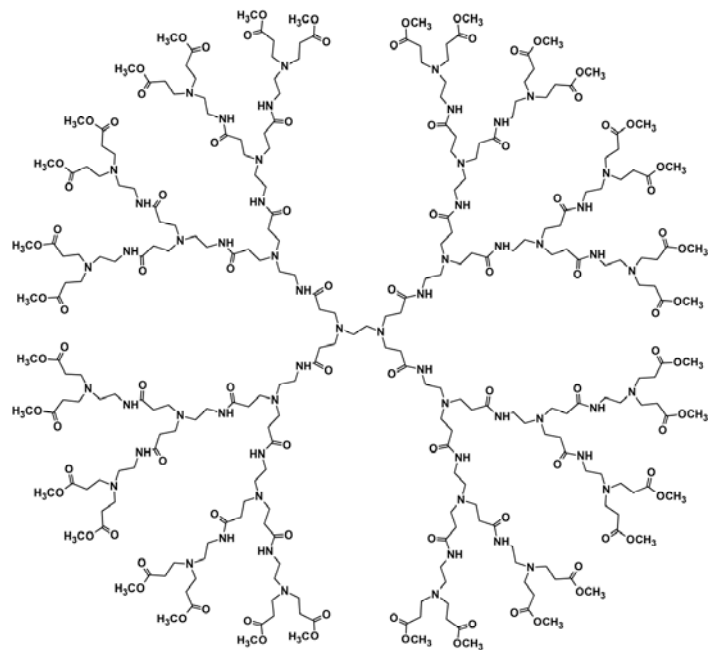
G-0.5PAMAM



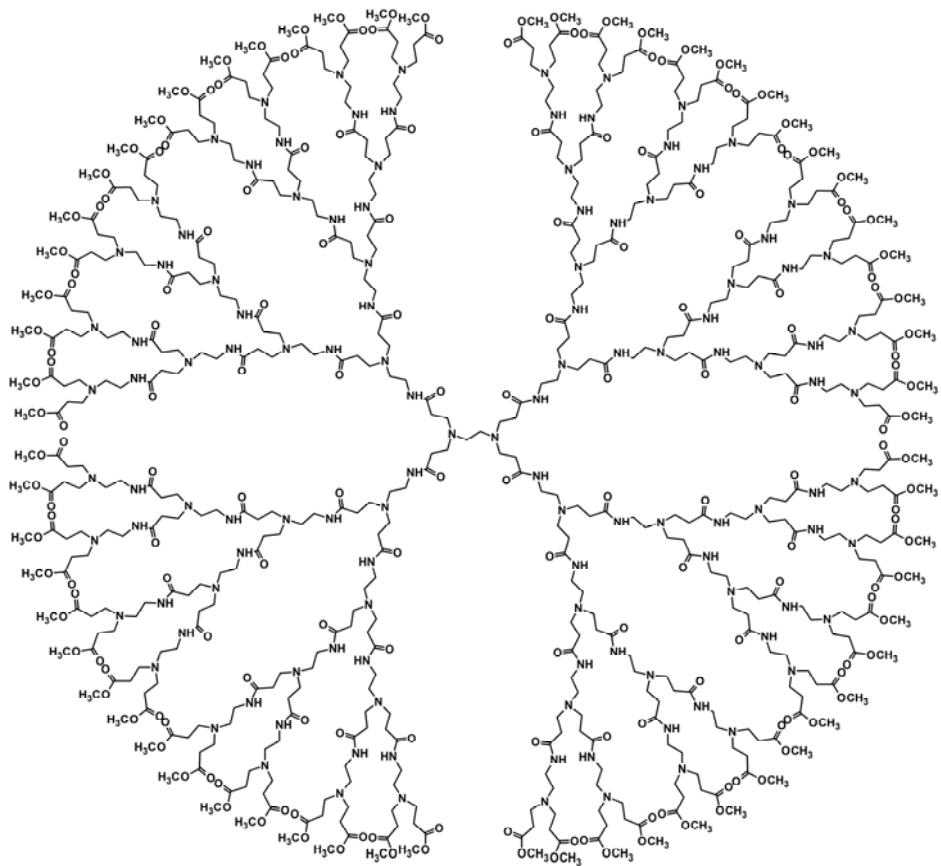
G0.5PAMAM



G1.5PAMAM



G2.5PAMAM

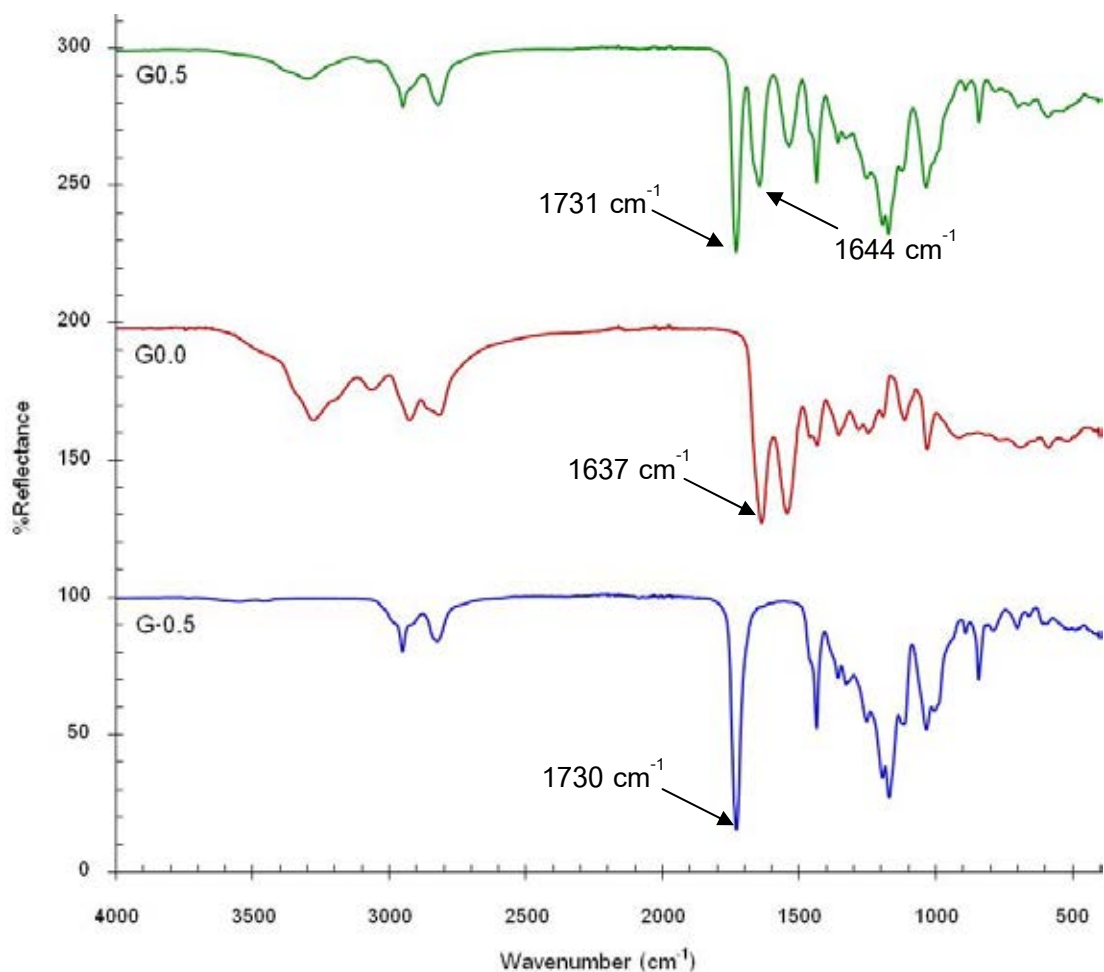


G3.5PAMAM

รูปที่ 4.2 โครงสร้างของไฮเพอร์บริรานซ์พอลิเอมีโดเอมีน (PAMAM-ester)

4.1.1 การติดตามปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดเอมีน ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ในการทดลองนี้ได้สังเคราะห์ PAMAM ที่มีทั้งหมู่ปลายเป็นหมู่เมทิลเอสเทอร์ (G-0.5, G0.5, G1.5, G2.5 และ G3.5) และที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เอมีน (G0.0, G1.0, G2.0 และ G3.0) การพิสูจน์ว่าปฏิกิริยาได้เกิดขึ้นสมบูรณ์ในแต่ละขั้นตอนนั้นมีความสำคัญเป็นอย่างมาก และเทคนิค ATR-FTIR ก็เป็นเทคนิคหนึ่งที่ยอมรับใช้เพื่อยืนยันความสมบูรณ์ของการเกิดปฏิกิริยาในแต่ละขั้น



รูปที่ 4.3 ATR-FTIR สเปกตรัมของ PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เมทิลเอสเทอร์ (G-0.5, G0.5) และ PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เอมีน (G0.0)

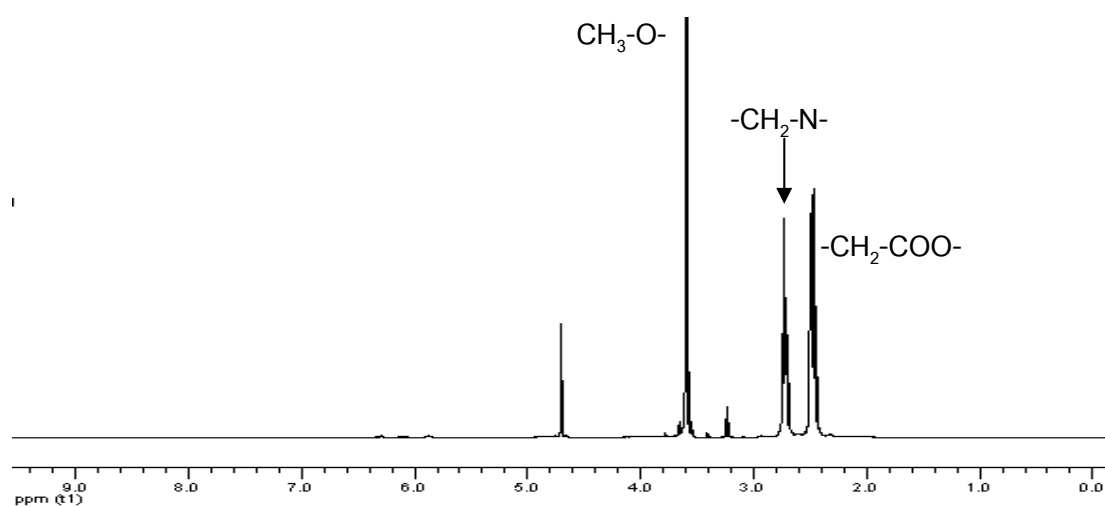
จากการวิเคราะห์ได้แสดงผลเป็นบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกวิเคราะห์ตัวอย่างจากปฏิกิริยารวมตัวแบบไม่เคิล คือ G-0.5 และ G0.5 ซึ่งในสเปกตรัมจะปรากฏพีคที่ 1730 cm⁻¹ ซึ่งเป็นพีคของเมทิลเอสเทอร์ที่เป็นหมู่ปลายของ PAMAM [32] ในขณะที่ไม่พบหลักฐานการ

หลงเหลือของสารตั้งต้นเอทิลีนไดเอมีน ซึ่งสารตัวนี้จะแสดงพีคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่บริเวณ $3000-3500\text{ cm}^{-1}$ (หมู่ $-\text{NH}_2$) จึงยืนยันได้ว่าปฏิกิริยารวมตัวแบบไม่เคิลในขั้นตอนการสังเคราะห์ G-0.5 เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ เช่นเดียวกันในพีคของ G0.0 ที่ได้จากปฏิกิริยาเอมิเดชัน พีคที่แสดงหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ตำแหน่ง 1731 cm^{-1} ได้หายไปจนสมบูรณ์ ซึ่งแสดงว่าปฏิกิริยาเอมิเดชันของหมู่เมทิลเอสเทอร์ได้เกิดขึ้นโดยสมบูรณ์เช่นกัน นอกเหนือจากนี้ยังปรากฏพีคของหมู่เอไมด์ที่ 1637 cm^{-1} และพีคของหมู่เอมีนที่เป็นหมู่ปลายของ PAMAM ที่ $3000-3350\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งพีคนี้จะมี ความเข้มของพีคสูงขึ้นเรื่อยๆ เมื่อรุ่นของ PAMAM เพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากหมู่เอมีนซึ่งเป็นหมู่ปลายเพิ่มสูงขึ้นแบบทวีคูณ [27]

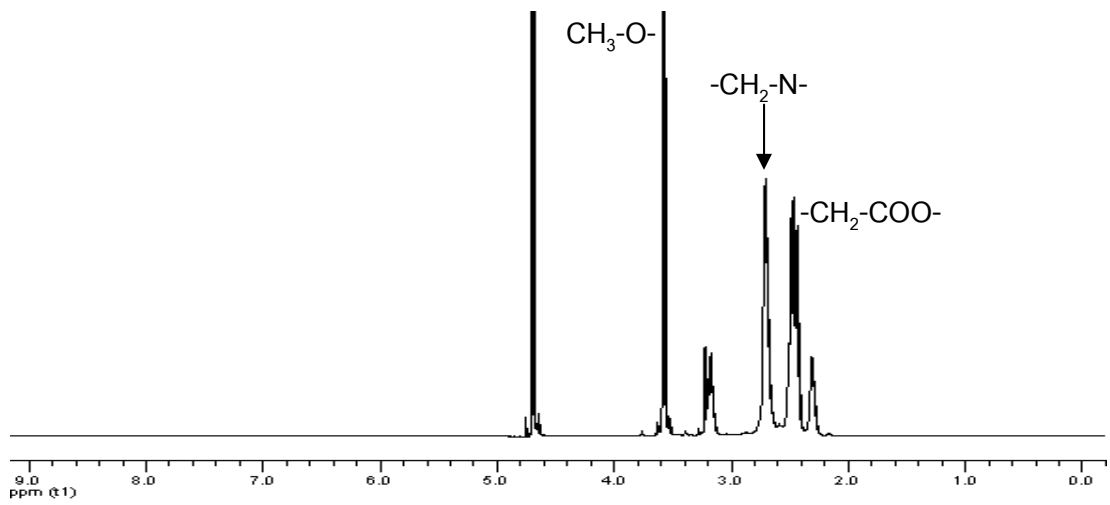
4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของไฮเพอร์-branched พอลิเอมีโดเอมีน ด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$

ในการทดลองนี้ได้สังเคราะห์ PAMAM ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เมทิลเอสเทอร์ (G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5) เพื่อใช้ในการดัดแปรโคโดซาน การพิสูจน์ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างทางเคมีที่ถูกต้องหรือไม่นั้นมีความสำคัญเป็นอย่างมาก และเทคนิค $^1\text{H NMR}$ ก็เป็นเทคนิคหนึ่งที่ยอมรับเพื่อยืนยันความสมบูรณ์ของโครงสร้างสารที่สังเคราะห์

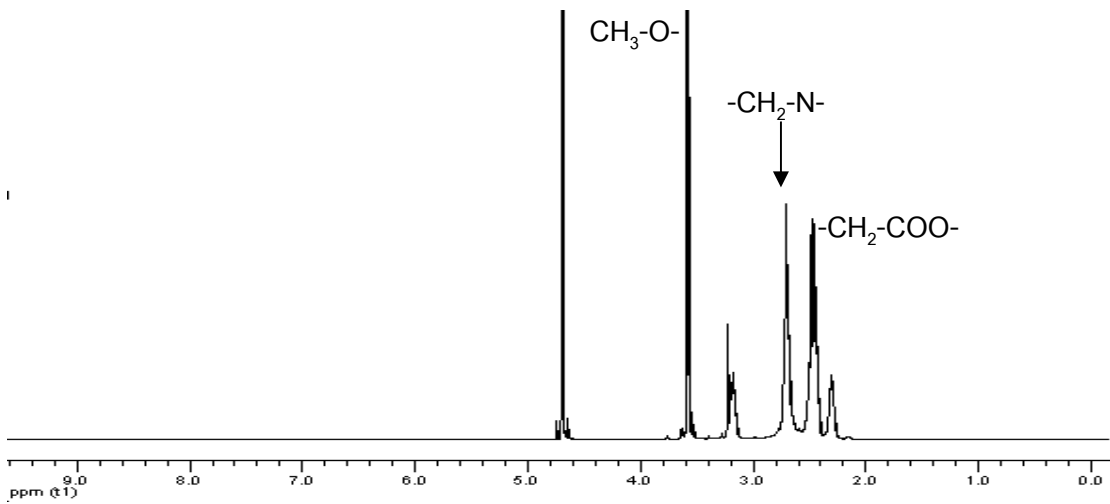
ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของ PAMAM-ester แสดงในรูปที่ 4.4 จาก $^1\text{H NMR}$ สเปกตรัมของ G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5 แสดงค่าเคมีคัลชิฟ (chemical shift) ของหมู่เมทิลเอสเทอร์โปรตอน ($\text{CH}_3\text{-O-}$) ที่ 3.61 ppm ค่าเคมีคัลชิฟของเมทิลีนโปรตอนของหมู่เมทิลีนตรงตำแหน่งของหมู่แอลคอกซีคาร์บอนิล ($-\text{CH}_2\text{-COO-}$) ที่ 2.22-2.42 ppm ค่าเคมีคัลชิฟของเอ็นเมทิลีนโปรตอน ($-\text{CH}_2\text{-N-}$) ที่ 2.61-2.78 ppm [33, 34] และของสารละลาย D_2O ที่ 4.65 ppm [35]



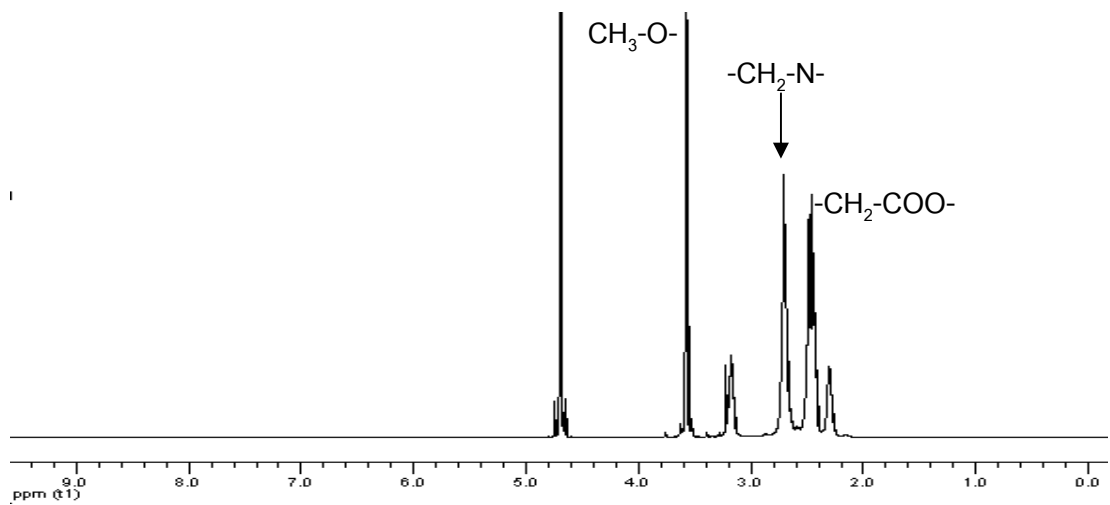
G-0.5PAMAM



G0.5PAMAM



G1.5PAMAM

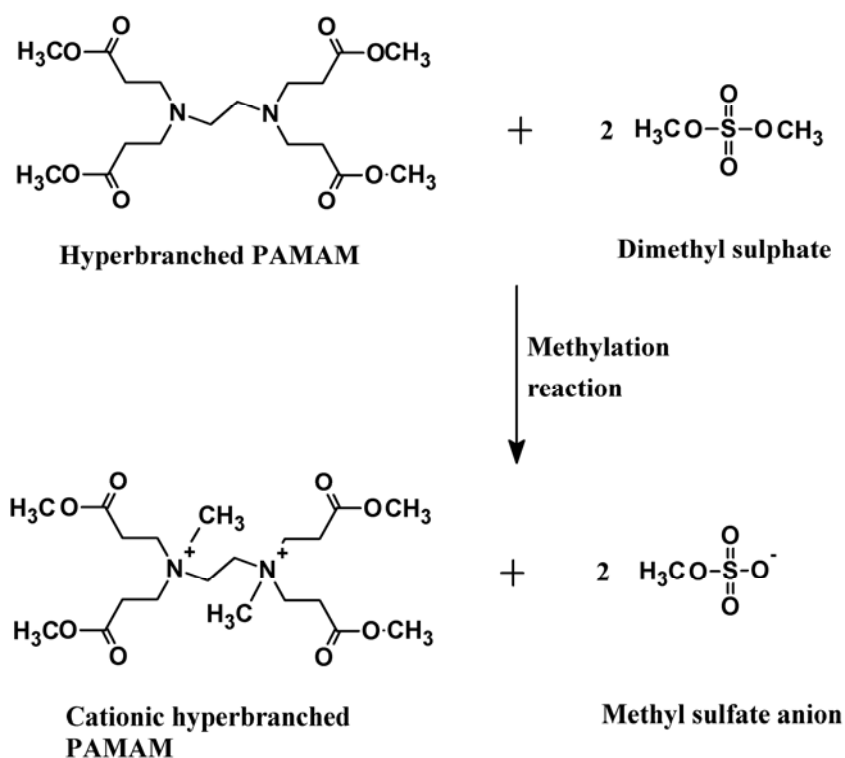


G2.5PAMAM

รูปที่ 4.4 ^1H NMR สเปกตรัมของ PAMAM-ester (G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5)

4.2 การสังเคราะห์แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน

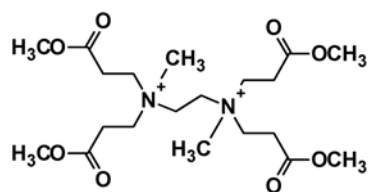
ในการทดลองนี้ได้ทำการสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester โดยนำ PAMAM-ester ที่ได้ไปทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับ DMS ได้เป็น cationic PAMAM-ester ซึ่งมีประจุบวก สมการในการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.5



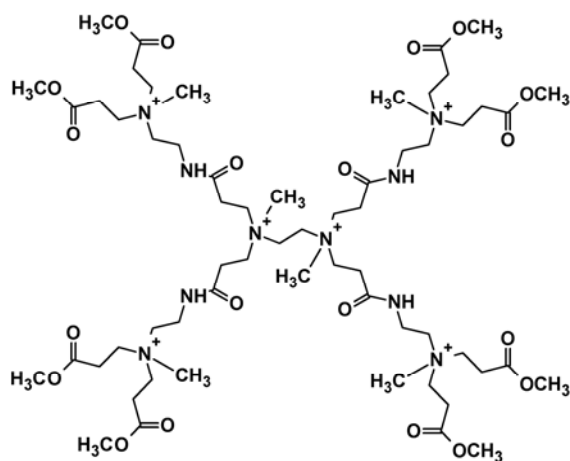
รูปที่ 4.5 การสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ cationic PAMAM-ester จำนวน 5 รุ่น คือ cat.(G-0.5)PAMAM, cat.(G0.5)PAMAM, cat.(G1.5)PAMAM, cat.(G2.5)PAMAM และ cat.(G3.5)PAMAM ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างดังรูปที่ 4.6

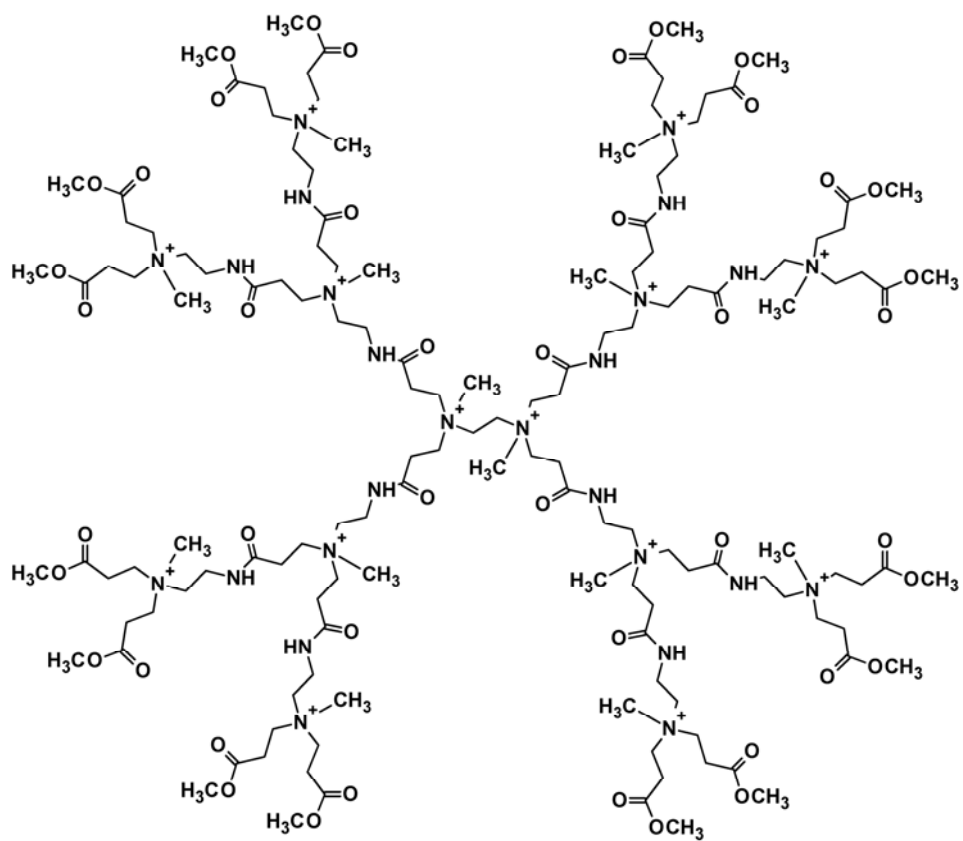
หลังจากได้ cationic PAMAM-ester ดังกล่าว ได้นำไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR และวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค ^1H NMR ซึ่งผลวิเคราะห์ที่ได้จะแสดงรายละเอียดในหัวข้อ 4.2.1 และ 4.2.2 ตามลำดับ



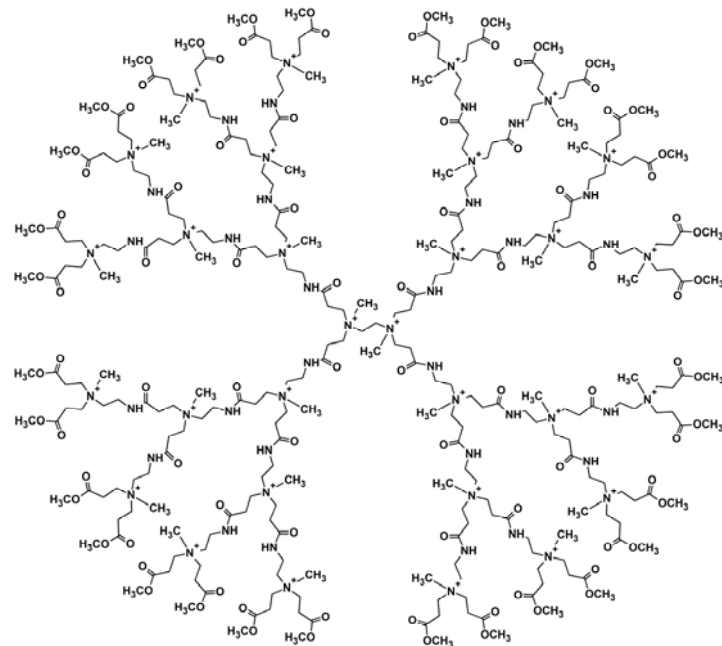
cat.(G-0.5)PAMAM



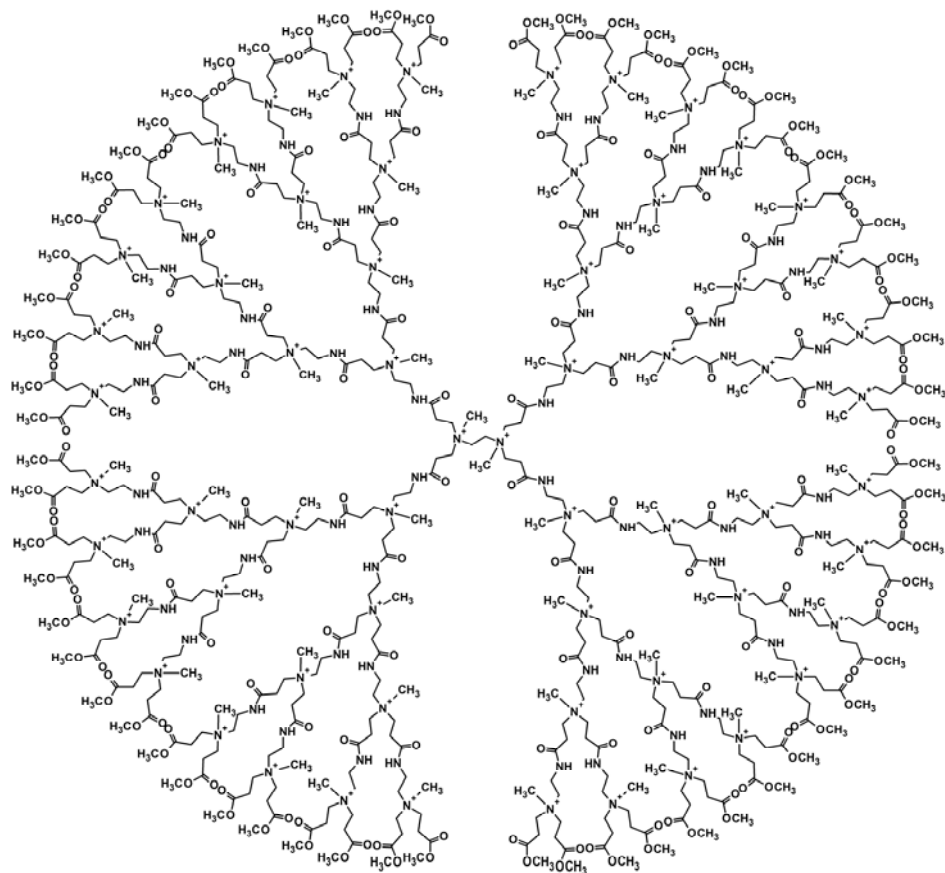
cat.(G0.5)PAMAM



cat.(G1.5)PAMAM



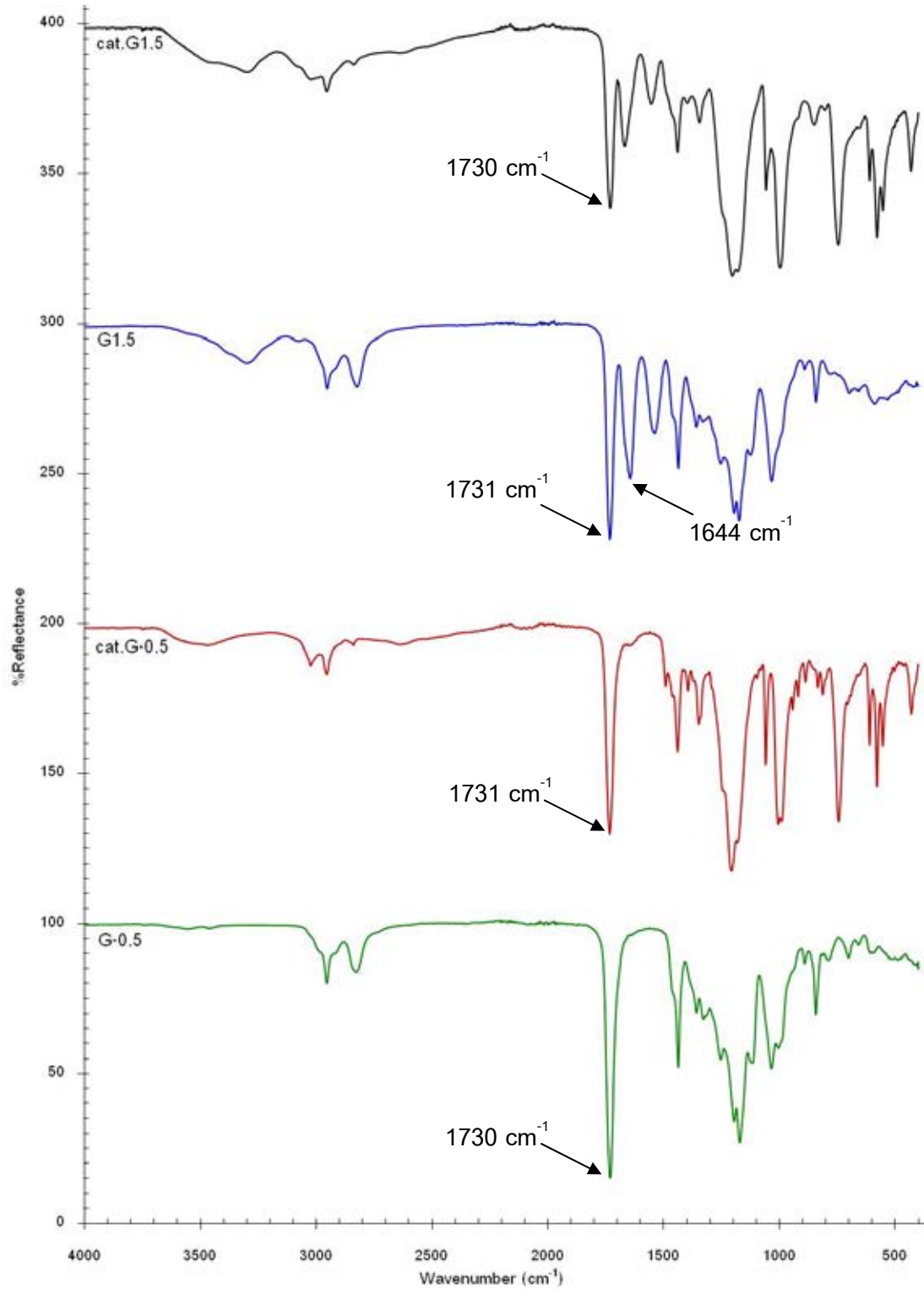
cat.(G2.5)PAMAM



cat.(G3.5)PAMAM

รูปที่ 4.6 โครงสร้างของแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิแอมิโดเอมีน (cationic PAMAM-ester)

4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์branซ์พอลิแอมิโดแอมีน ด้วยเทคนิค ATR-FTIR



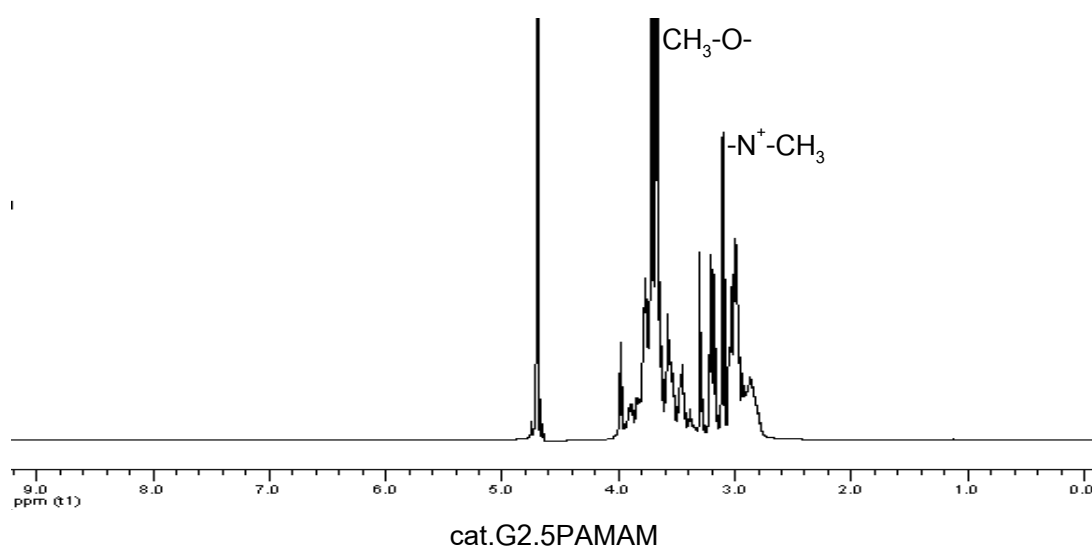
รูปที่ 4.7 ATR-FTIR สเปกตรัมของ PAMAM-ester (G-0.5, G1.5) และ cationic PAMAM-ester (cat.G-0.5, cat.G1.5)

ในการทดลองนี้ได้สังเคราะห์ cationic PAMAM-ester ที่มีหมู่ปลายเป็นหมู่เมทิลเอสเทอร์ (G-0.5 G0.5, G1.5, G2.5 และ G3.5) โดยนำ PAMAM-ester มาทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับไดเมทิลซัลเฟต (DMS) ได้เป็นสาร PAMAM-ester ที่มีประจุบวก จากรูปที่ 4.7 แสดง ATR-FTIR สเปกตรัม ของ cationic PAMAM-ester

จากการวิเคราะห์ได้แสดงผลเป็นบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกวิเคราะห์ตัวอย่างคือ G-0.5PAMAM, cat.(G-0.5)PAMAM, G1.5PAMAM และ cat.(G1.5)PAMAM พบว่าสเปกตรัมของ cationic PAMAM-ester มีลักษณะใกล้เคียงกับ PAMAM-ester แต่เมื่อสังเกตพีคของเมทิลเอสเทอร์ที่ 1731 cm^{-1} พบว่าพีคของ cationic PAMAM-ester มีความสูงลดลงเมื่อเทียบกับ PAMAM-ester เนื่องจากการลดลงของหมู่คาร์บอนิลเอสเทอร์ ($\text{O}=\text{C}-\text{O}-\text{CH}_3$) ระหว่างเกิดปฏิกิริยาเมทิลเลชัน นอกจากนี้สเปกตรัมของ cationic PAMAM-ester ยังแสดงพีคของหมู่ไฮดรอกซิล ที่ $3250-3500\text{ cm}^{-1}$ เนื่องจากเกิดการไฮโดรไลซิสของหมู่คาร์บอนิลเอสเทอร์บางส่วนกลายเป็นหมู่คาร์บอกซิลิก ($-\text{COOH}$)

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ATR-FTIR พบว่าสามารถระบุได้แค่หมู่ฟังก์ชันของสาร แต่ไม่สามารถระบุโครงสร้างทางเคมีของ cationic PAMAM-ester ได้ โดยเฉพาะการเกิดของหมู่ควอเตอร์นารีแอมโมเนียม ดังนั้นจึงได้ใช้เทคนิค ^1H NMR เพื่อหาเมทิลโปรตอนของหมู่เมทิล (N^+-CH_3) ตรงตำแหน่งหมู่ควอเตอร์นารีแอมโมเนียม รายละเอียดแสดงในหัวข้อ 4.2.2

4.2.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีนด้วยเทคนิค ^1H NMR



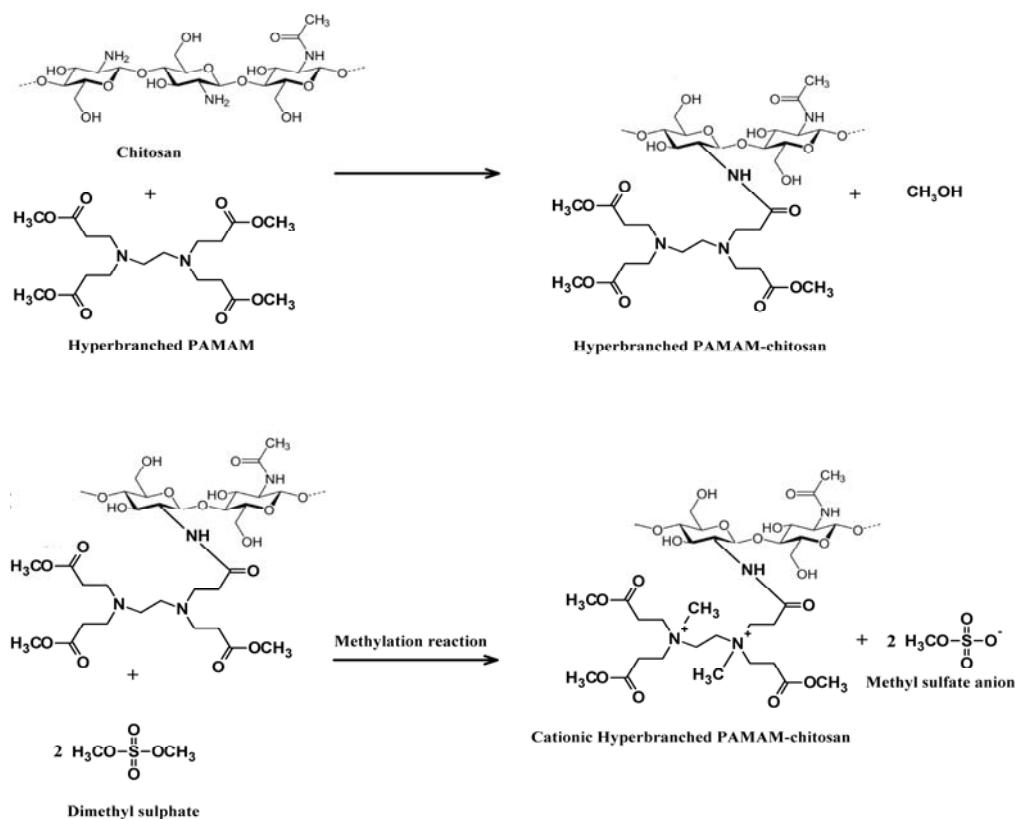
รูปที่ 4.8 ^1H NMR สเปกตรัมของ cationic PAMAM-ester (G2.5)

ในการทดลองนี้ได้สังเคราะห์ cationic PAMAM-ester จำนวน 5 รุ่น คือ cat.(G-0.5)PAMAM, cat.(G0.5)PAMAM, cat.(G1.5)PAMAM, cat.(G2.5)PAMAM และ cat.(G3.5)PAMAM การบอกลักษณะของโปรตอนในโมเลกุลของสารทำได้โดยใช้เทคนิค ^1H NMR

จากการวิเคราะห์ได้แสดงผลเป็นบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกวิเคราะห์ตัวอย่าง คือ cat.(G2.5)PAMAM ดังรูปที่ 4.8 จาก ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G2.5)PAMAM แสดงค่าเคมีคัลชิฟของโปรตอนของหมู่เมทิลเอสเทอร์ ($\text{CH}_3\text{-O-}$) ที่ 3.61 ppm และแสดงค่าเคมีคัลชิฟที่ 3 ppm ซึ่งเป็นของโปรตอนของหมู่เมทิลตรงตำแหน่งหมู่ควอเตอร์นารีแอมโมเนียม ($-\text{N}^+\text{-CH}_3$) [27] ซึ่งค่าเคมีคัลชิฟพบในตำแหน่ง downfield เมื่อเทียบกับเมทิลีนโปรตอน ซึ่งเป็นการยืนยันว่าปฏิกิริยาไดเมทิลเลชันได้เกิดขึ้นจริง และได้สาร cationic PAMAM-ester ตามต้องการ

4.3 การตัดแปรรูปโคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน

ในการทดลองนี้ได้ทำการตัดแปรรูปโคโตซานด้วย cationic PAMAM-ester โดยขั้นตอนการตัดแปรรูปเริ่มจากนำโคโตซานซึ่งมีหมู่เอมีนอิสระ มาทำปฏิกิริยากับหมู่เมทิลเอสเทอร์ของ PAMAM-ester เกิดเป็นพันธะเอไมด์ระหว่างโคโตซานกับ PAMAM-ester แล้วนำมาทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับ DMS ได้เป็น cationic PAMAM-CTS ซึ่งมีประจุบวก

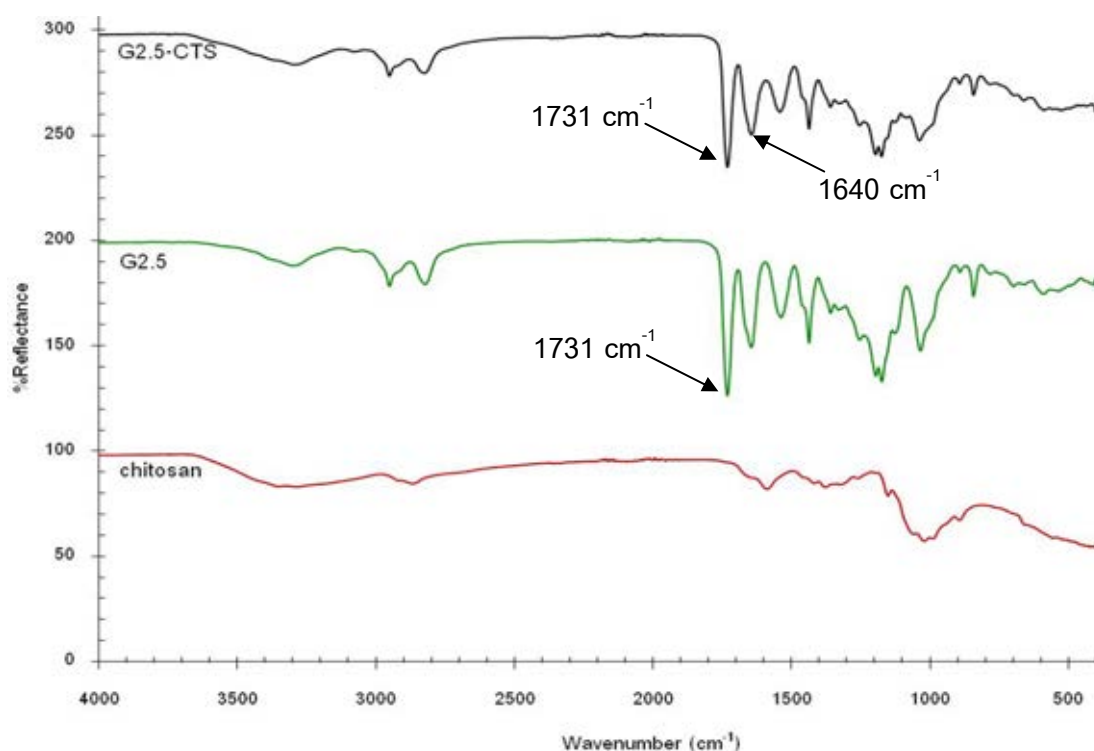


รูปที่ 4.9 ขั้นตอนการตัดแปรรูปโคโตซานด้วย cationic PAMAM-ester

การทำให้ยืนยันได้แน่นอนว่าไคโตซานทำปฏิกิริยากับหมู่เมทิลเอสเทอร์ของ PAMAM-ester ทำได้โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ATR-FTIR ดังแสดงรายละเอียดในหัวข้อ 4.3.1 และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์บริรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน ด้วยเทคนิค ATR-FTIR และเทคนิค ^1H NMR

4.3.1 การติดตามการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของพอลิแอมิโดแอมีนกับหมู่เอมีนอิสระของไคโตซานด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ในการทดลองนี้ได้ทำการดัดแปรไคโตซานด้วย PAMAM-ester (G-0.5 G0.5, G1.5 และ G2.5) ซึ่งเกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของ PAMAM-ester กับหมู่เอมีนอิสระของไคโตซาน สามารถตรวจสอบผลการเกิดปฏิกิริยาได้จากเทคนิค ATR-FTIR



รูปที่ 4.10 ATR-FTIR สเปกตรัมของไคโตซาน (chitosan), PAMAM-ester (G2.5) และ PAMAM-CTS (G2.5-CTS)

ซึ่งในการวิเคราะห์แสดงผลเป็นบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกวิเคราะห์ตัวอย่างจากปฏิกิริยาการรวมตัวแบบไม่เคิล คือ G2.5 จากรูปที่ 4.10 แสดงสเปกตรัมของไคโตซาน, PAMAM-ester (G2.5) และ ไคโตซานดัดแปรด้วย PAMAM-ester (G2.5-CTS) พบว่าไคโตซานดัดแปรด้วย PAMAM-ester จะปรากฏพีคของหมู่เอไมด์ที่ 1640 cm^{-1} ซึ่งพีคนี้ก็พบในไคโตซาน

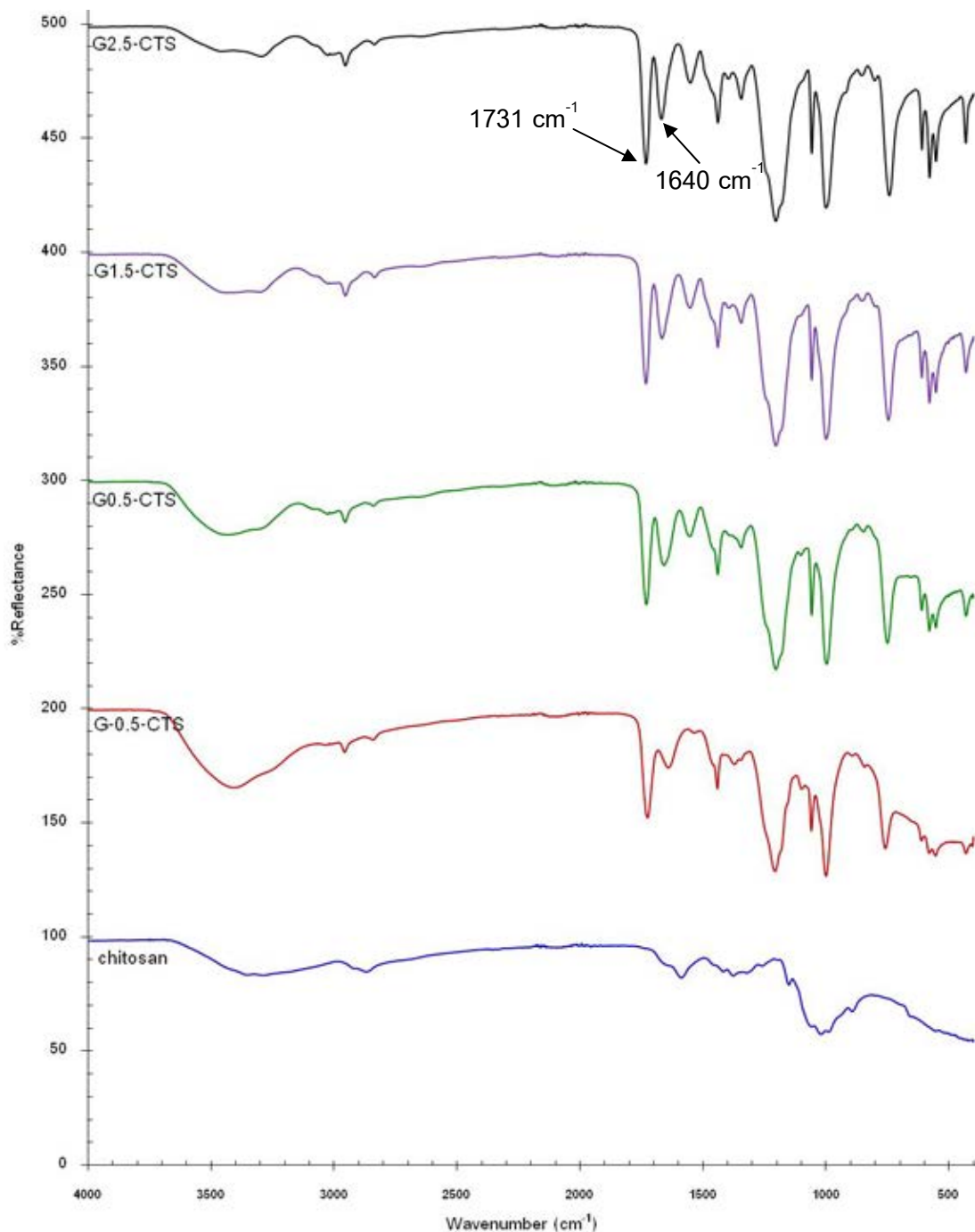
เช่นกัน แต่ในกรณีของโคโตซานดัดแปรด้วย PAMAM-ester จะสังเกตเห็นว่าความเข้มของพีคของหมู่เอไมด์เพิ่มสูงขึ้นจากโคโตซาน ทั้งนี้เพราะใน PAMAM-ester มีหมู่เอไมด์จำนวนมาก และการเกิดพันธะเอไมด์ระหว่างโคโตซานกับ PAMAM-ester จึงปรากฏให้เห็นในรูปของความเข้มของพีคเอไมด์ที่มากกว่านั่นเอง นอกจากนี้ยังพบว่า โคโตซานดัดแปรด้วย PAMAM-ester จะปรากฏพีคของหมู่เมทิลเอสเทอร์ซึ่งเป็นหมู่ปลายของ PAMAM-ester ที่ตำแหน่ง 1731 cm^{-1} อีกด้วย จึงสามารถยืนยันได้ว่าเกิดพันธะเอไมด์ระหว่างโคโตซานกับ PAMAM-ester เพื่อที่จะทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันในขั้นตอนต่อไป

4.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์-branched พอลิเอไมโดเอมีน-โคโตซาน ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

จากการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ปลายของ PAMAM-ester กับหมู่เอมีนอิสระของโคโตซานในหัวข้อ 4.3.1 จะเกิดพันธะเอไมด์ขึ้นระหว่างโคโตซานกับ PAMAM แล้วนำสารที่ได้มาทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับ DMS ผลที่ได้คือ cationic PAMAM-CTS และได้ทำการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR

จากรูปที่ 4.11 แสดงสเปกตรัมของโคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ทั้ง 4 ชนิด คือ G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5 พบว่า cationic PAMAM-CTS จะปรากฏพีคของหมู่เอไมด์ที่ 1640 cm^{-1} ซึ่งพีคนี้ก็พบในโคโตซานเช่นกัน แต่ในกรณีของ cationic PAMAM-CTS จะสังเกตเห็นว่าความเข้มของพีคของหมู่เอไมด์เพิ่มสูงขึ้นตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS กล่าวคือความเข้มของพีคจะเรียงลำดับดังนี้ $\text{cat.}(G-0.5)\text{PAMAM-CTS} < \text{cat.}(G0.5)\text{PAMAM-CTS} < \text{cat.}(G1.5)\text{PAMAM-CTS} < \text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ ทั้งนี้เพราะในชนิดที่ดัดแปรด้วย PAMAM-ester รุ่นสูงขึ้นก็จะมีจำนวนหมู่เอไมด์เพิ่มสูงขึ้นแบบทวีคูณ จึงปรากฏให้เห็นในรูปของความเข้มของพีคเอไมด์ที่มากกว่านั่นเอง ยกตัวอย่างเช่น $\text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ จะพบพีคของหมู่เอไมด์ที่ความเข้มสูงที่สุด และลดลงตามลำดับ

นอกจากนี้ยังพบว่า cationic PAMAM-CTS จะปรากฏพีคของหมู่ปลายเมทิลเอสเทอร์ของ cationic PAMAM-ester ที่ตำแหน่ง 1731 cm^{-1} อีกด้วย โดยพบว่า $\text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ มีความเข้มของพีคของหมู่เมทิลเอสเทอร์สูงสุด และเมื่อรุ่นของ cationic PAMAM-ester เพิ่มสูงขึ้น พีคของหมู่เมทิลเอสเทอร์ก็จะเพิ่มสูงขึ้นด้วย เนื่องจากหมู่เมทิลเอสเทอร์ซึ่งเป็นหมู่ปลายของ cationic PAMAM-ester เพิ่มมากขึ้นเมื่อรุ่นเพิ่มสูงขึ้นเช่นเดียวกับพันธะเอไมด์



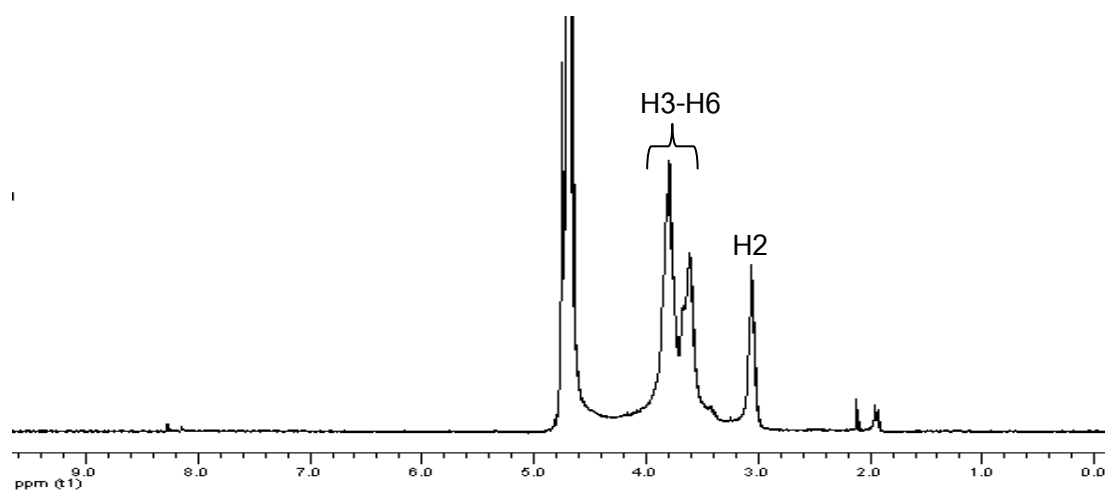
รูปที่ 4.11 ATR-FTIR สเปกตรัมของไคโตซาน (chitosan) และ cationic PAMAM-CTS (G-0.5-CTS, G0.5-CTS, G1.5-CTS และ G2.5-CTS)

4.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแคตไอออนิกไฮเพอร์branซ์พอลิแอมิโดแอมีน-ไคโตซาน ด้วยเทคนิค ^1H NMR

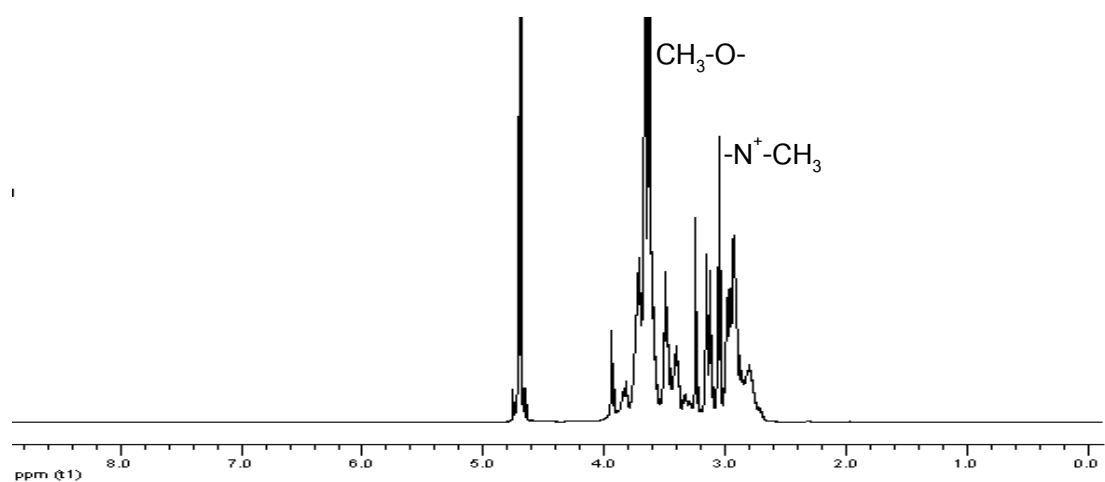
จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของ cationic PAMAM-ester ด้วยเทคนิค ATR-FTIR ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าไคโตซานเชื่อมต่อกับ cationic PAMAM-ester ด้วยพันธะเอไมด์

แต่ไม่สามารถยืนยันได้ว่าเกิดโปรตอน (ประจุบวก) ในโมเลกุลของสาร การบอกชนิดของโปรตอนในโมเลกุลของสารสามารถทำได้โดยใช้เทคนิค ^1H NMR

จากการวิเคราะห์ที่ได้แสดงผลเป็นบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกวิเคราะห์ตัวอย่างคือ cat.(G2.5)PAMAM-CTS ดังรูปที่ 4.12 จาก ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G2.5)PAMAM-CTS แสดงค่าเคมีคัลชิฟของโปรตอนของหมู่เมทิลเอสเทอร์ ($\text{CH}_3\text{-O-}$) ที่ 3.61 ppm และแสดงค่าเคมีคัลชิฟที่ 3 ppm [27] ซึ่งเป็นของโปรตอนของหมู่เมทิลตรงตำแหน่งหมู่ควอเตอร์นารีแอมโมเนียม ($-\text{N}^+\text{-CH}_3$) ซึ่งค่าเคมีคัลชิฟพบในตำแหน่ง downfield เมื่อเทียบกับเมทิลีนโปรตอน จึงยืนยันได้ว่าจะสามารถเตรียมแคตไอออนิกโคโตซานได้



Chitosan



cat.(G2.5)PAMAM-CTS

รูปที่ 4.12 ^1H NMR สเปกตรัมของโคโตซาน (chitosan) และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS

4.4 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมิน-ไคโตซาน

4.4.1 การหาปริมาณสารแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมิน-ไคโตซาน ที่อยู่บนผ้าฝ้าย

โดยการชั่งน้ำหนักผ้าฝ้ายก่อนตกแต่งสำเร็จ หลังจากนั้นทำการตกแต่งผ้าฝ้ายด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ทั้ง 4 ชนิด คือ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS, cat.(G1.5)PAMAM-CTS และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 (2% w/v) ซึ่งน้ำหนักผ้าฝ้ายหลังตกแต่งสำเร็จ แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณสารที่อยู่บนผ้า (% add-on) ซึ่งผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ที่อยู่บนผ้าฝ้าย

ผ้าฝ้าย	น้ำหนักผ้า (กรัม)		%add-on
	ก่อนตกแต่งสำเร็จ	หลังตกแต่งสำเร็จ	
2% w/v chitosan	5.396	5.463	1.242
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	5.345	5.372	0.505
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	5.298	5.315	0.321
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	5.305	5.317	0.226
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	5.240	5.243	0.057

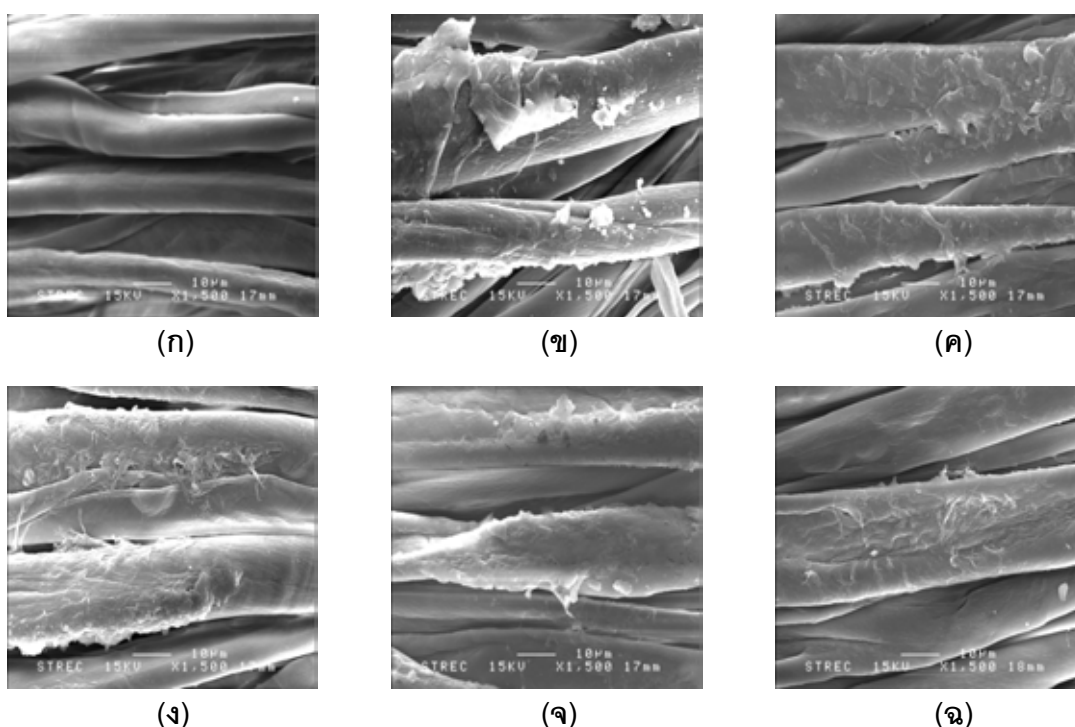
จากตารางที่ 4.1 พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS มี %add-on ลดลงเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซานที่ความเข้มข้นเดียวกันคือ 2% w/v และพบว่า %add-on จะลดลงตามลำดับ ตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ดังนี้ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS > cat.(G0.5)PAMAM-CTS > cat.(G1.5)PAMAM-CTS > cat.(G2.5)PAMAM-CTS

สาเหตุที่มีการลดลงของ %add-on เนื่องจากในการทดลองนี้ได้นำ crude product มาใช้โดยตรง ซึ่ง crude product มีความไม่บริสุทธิ์ของสาร cationic PAMAM-CTS ที่สังเคราะห์ได้ โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์ PAMAM แต่ละรุ่น การกำจัดตัวทำละลายและสารที่เหลือจากปฏิกิริยาอาจทำได้ไม่สมบูรณ์ และในรุ่นที่สูงขึ้นจะเป็นการผสมกันระหว่างรุ่นต่างๆ ในสัดส่วนแตกต่างกันไป ทำให้ได้ PAMAM ที่มีการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลสูง นอกจากนี้ในขั้นตอนการตัดแปรไคโตซานด้วย PAMAM-ester ก็ไม่ได้กำจัด PAMAM-ester ส่วนเกินออก เมื่อนำ crude product ไปทำปฏิกิริยาเมทิลเลชัน คาดว่าจะได้ทั้ง cationic PAMAM-CTS และ cationic

PAMAM-ester รวมทั้งผลพลอยได้ (by-product) คือ methyl sulfate anion ($\text{CH}_3\text{-O-SO}_3^-$) ดังนั้น สัดส่วนของ cationic PAMAM-CTS จึงมีอยู่น้อยกว่าเมื่อเทียบในปริมาณเท่ากัน ซึ่งสัดส่วนของ cationic PAMAM-CTS จะลดลงตามลำดับ ดังนี้ $\text{cat.}(G-0.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G0.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G1.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ การนำ crude product ไปใช้ตกแต่งสำเร็จผ้าในปริมาณที่เท่ากัน จึงปรากฏเห็นว่า %add-on ของ cationic PAMAM-CTS ที่พบบนผ้าฝ้ายก็ลดลงตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ดังนี้ $\text{cat.}(G-0.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G0.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G1.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ เนื่องจากส่วนผสมอื่นๆไม่มีความสามารถเกาะติดบนผ้าและจะถูกกำจัดออกไปเมื่อทำการซักล้าง

4.4.2 การวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM

การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยโคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ 2% w/v ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงดังรูปที่ 4.13

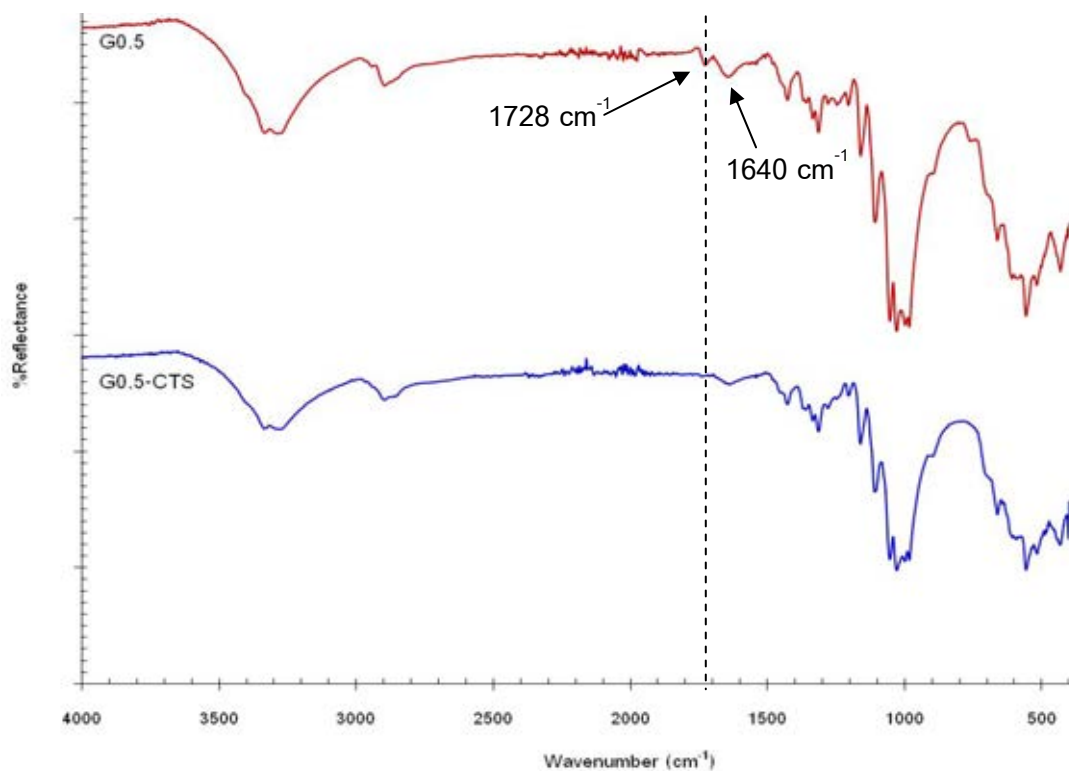


รูปที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM (ก) ผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ (ข) ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วยโคโตซาน (ค), (ง), (จ) และ (ฉ) ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วย $\text{cat.}(G-0.5)\text{PAMAM-CTS}$, $\text{cat.}(G0.5)\text{PAMAM-CTS}$, $\text{cat.}(G1.5)\text{PAMAM-CTS}$, และ $\text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ ตามลำดับ

ภาพ (ก) แสดงผ้าฝ้ายที่มีผิวเรียบไม่ปรากฏฟิล์มไคโตซาน เมื่อตกแต่งด้วยไคโตซาน 2% w/v ดังแสดงในภาพ (ข) พบว่าเกิดฟิล์มไคโตซาน และไคโตซานมีลักษณะเป็นแผ่นเกาะที่ผิวผ้าฝ้าย ซึ่งเป็นสาเหตุหลักให้เกิดปัญหาความกระด้างของผ้า และเมื่อนำไปย้อมก็ทำให้เกิดปัญหาการย้อมผิวผ้า กรณีตกแต่งผ้าฝ้ายด้วย cationic PAMAM-CTS จะไม่สังเกตเห็นฟิล์มของ cationic PAMAM-CTS แต่ก็พบผิวเส้นใยมีความขรุขระ และความขรุขระจะลดลงตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ความขรุขระที่ปรากฏเห็นแสดงถึงตัว cationic PAMAM-CTS ที่เกาะติดบนผิวเส้นใยและปริมาณที่ลดลงตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ก็เนื่องจากเหตุผลที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น

4.4.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผ้าฝ้ายด้วยเทคนิค ATR-FTIR

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จด้วย cationic PAMAM-ester และ cationic PAMAM-CTS ด้วยเทคนิค ATR-FTIR เพื่อยืนยันว่ามีสาร cationic PAMAM-ester และ cationic PAMAM-CTS บนผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ จากการวิเคราะห์ได้แสดงผลเป็นบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกวิเคราะห์ cat.(G0.5)PAMAM-ester และ cat.(G0.5)PAMAM-CTS ซึ่งผลสเปกตรัม แสดงดังรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 ATR-FTIR สเปกตรัมของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งสำเร็จด้วย cationic PAMAM-ester (G0.5) และ cationic PAMAM-CTS (G0.5-CTS)

จากสเปกตรัมของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester จะปรากฏพีคของหมู่เมทิลเอสเทอร์ซึ่งเป็นหมู่ปลายของ cationic PAMAM-ester ที่ตำแหน่ง 1728 cm^{-1} แต่เมื่อสังเกตพีคของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS พบว่าความเข้มของหมู่คาร์บอนิลเอสเทอร์ ($\text{O}=\text{C}-\text{OCH}_3$) มีน้อยมากแทบจะมองไม่เห็น ทั้งนี้เนื่องจากปลายเมทิลเอสเทอร์ของ cationic PAMAM-ester อาจไปทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสได้บางส่วน และอีกบางส่วนเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสกลายเป็นหมู่คาร์บอกซิลิกแทน

4.4.4 ศึกษาผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมิน-ไคโตซาน

นำผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS จำนวน 4 ชนิด คือ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS, cat.(G1.5)PAMAM-CTS และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 (2% w/v) มาทดสอบความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียด้วยวิธี Shake flask method ตามมาตรฐาน AATCC Test Method 100-2004 ซึ่งพบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS ทั้ง 4 ชนิด สามารถยับยั้งเชื้อ *S. aureus* ได้ดี เนื่องจากประจุบวกของ cationic PAMAM-CTS ในขณะที่ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซานไม่สามารถยับยั้งเชื้อ *S. aureus* เนื่องจากผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซานได้มีการล้างด้วยด่างเพื่อปรับเปลี่ยนจากไคโตซานประจุบวกเป็นไคโตซานอิสระไม่มีประจุ จึงทำให้ไคโตซานไม่แสดงฤทธิ์ของสารยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย ผลการทดสอบแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ก่อนซักและหลังซัก

ผ้าฝ้าย	%add-on	% Reduction		
		ก่อนซัก	ซัก 1 ครั้ง	ซัก 5 ครั้ง
2% w/v chitosan	1.242	0	-	-
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	0.505	97.84	99.70	0
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.321	99.21	97.54	0
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	0.226	97.61	80.00	0
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	0.057	47.61	0	0

จากผลการทดสอบในตารางที่ 4.2 พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS ทั้ง 3 ชนิด คือ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS และ

cat.(G1.5)PAMAM-CTS มีเปอร์เซ็นต์การลดลงของเชื้อแบคทีเรียใกล้เคียงกันมาก และผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS สามารถยับยั้งเชื้อ *S. aureus* ได้สูงสุดถึง 99.21% เนื่องจากประจุบวกของ cationic PAMAM-CTS แต่ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G2.5)PAMAM-CTS มีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อแบคทีเรียลดลงเหลือ 47.61% เนื่องจากปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ที่อยู่บนผ้าฝ้ายมีปริมาณลดลงมากดูได้จาก %add-on พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยโคโคซานมี %add-on สูงสุด 1.242% และลดลงตามลำดับตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ดังนี้ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS > cat.(G0.5)PAMAM-CTS > cat.(G1.5)PAMAM-CTS > cat.(G2.5)PAMAM-CTS และผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G2.5)PAMAM-CTS มีปริมาณ %add-on ต่ำสุดคือ 0.057% ส่งผลให้ประจุบวกที่อยู่บนผ้าฝ้ายลดลง ทำให้ประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียลดลง ซึ่งผลการทดสอบสอดคล้องกับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ที่บ่มเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (รูปที่ 4.15) พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS cat.(G1.5)PAMAM-CTS และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS มีจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียลดลงชัดเจนเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ

ส่วนการทดสอบความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียบนผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS หลังซักตามมาตรฐาน ISO 105-C06:2010 (A1M) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ลูกเหล็กกลม 10 ลูก เวลาในการซัก 45 นาที พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS และ cat.(G1.5)PAMAM-CTS หลังซัก 1 ครั้ง ยังมีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อ *S. aureus* ได้สูงสุดถึง 99.70% และลดลงเหลือ 80% สำหรับผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G1.5)PAMAM-CTS แต่ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G2.5)PAMAM-CTS มีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อ *S. aureus* เป็น 0 แต่เมื่อสังเกตจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ที่บ่มเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (รูปที่ 4.16) พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G2.5)PAMAM-CTS หลังซัก 1 ครั้ง มีจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียลดลงเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ แต่ปริมาณการลดลงน้อยกว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS และ cat.(G1.5)PAMAM-CTS

และในกรณีผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS หลังซัก 5 ครั้ง พบว่าประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียเป็น 0 ทั้งนี้เนื่องมาจากการซักมีผลทำให้สาร cationic PAMAM-CTS หลุดออกจากผ้า ประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์จึงลดลง และเป็น 0 เมื่อผ่านการซัก 5 ครั้ง ซึ่งผลการทดสอบสอดคล้องกับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ที่บ่มเพาะเชื้อที่

อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (รูปที่ 4.17) ซึ่งไม่มีผลต่อการลดลงของแบคทีเรีย *S. aureus*

สำหรับรายละเอียดผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS (crude product) ด้วยวิธี Pad-Dry-Cure ก่อนซัก, หลังซัก 1 ครั้ง และหลังซัก 5 ครั้ง แสดงดังตารางที่ 4.3, 4.4 และ 4.5 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS

ผ้าฝ้าย	The number of	The number of	% Reduction
	bacteria CFU/Sample (0 h.) (Blank)	bacteria CFU/Sample (24 h.) (Sample)	
Cotton fabric (Blank 1)	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	-
Cotton fabric (Blank 2)	9.3×10^5	$>3.0 \times 10^6$	-
Cotton fabric (Blank 3)	4.2×10^5	$>3.0 \times 10^6$	-
2% w/v chitosan	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	0
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	9.3×10^5	2.0×10^4	97.84
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4.2×10^5	3.3×10^3	99.21
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	4.2×10^5	1.0×10^4	97.61
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	4.2×10^5	2.2×10^5	47.61



Cotton fabric (Blank 1)



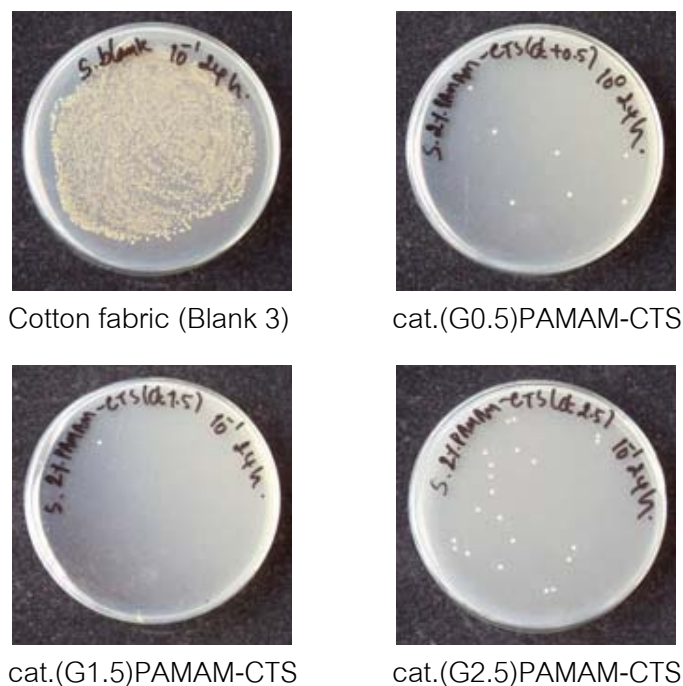
chitosan



Cotton fabric (Blank 2)



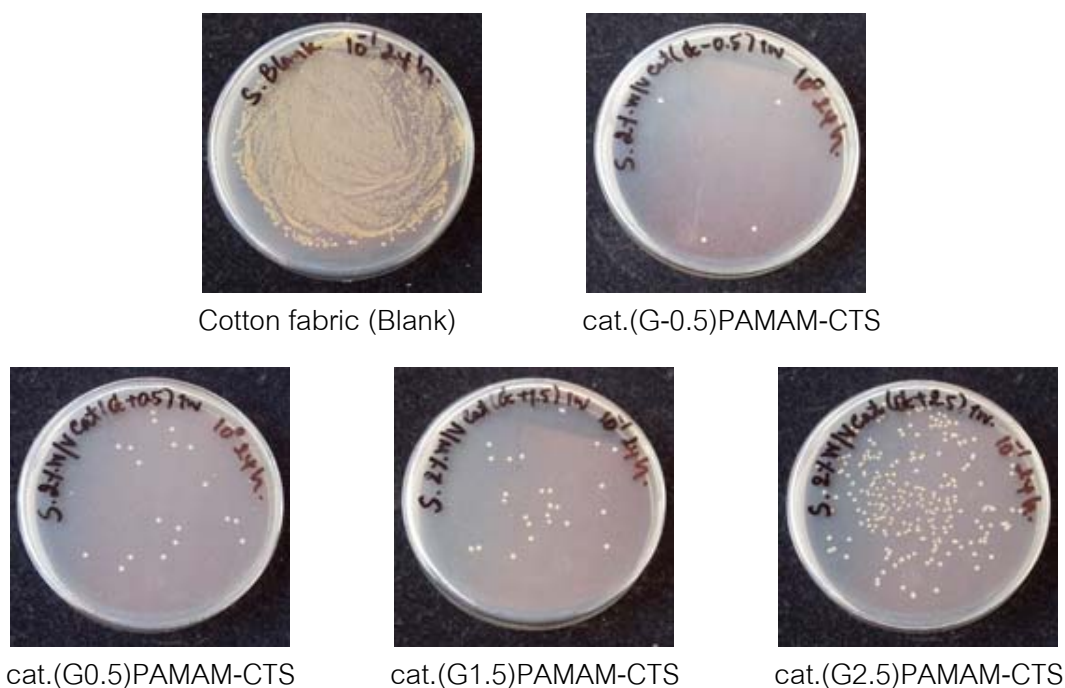
cat.(G-0.5)PAMAM-CTS



รูปที่ 4.15 แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ของผ้าที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ก่อนซัก

ตารางที่ 4.4 ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 1 ครั้ง

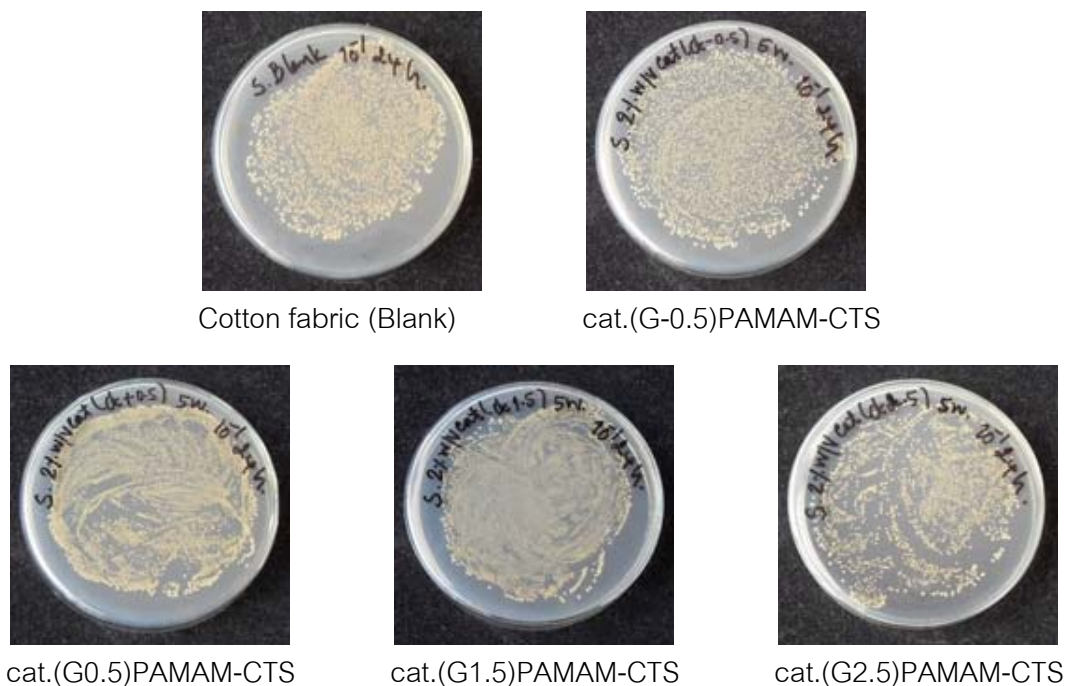
ผ้าฝ้าย	The number of bacteria CFU/Sample (0 h.) (Blank)	The number of bacteria CFU/Sample (24 h.) (Sample)	% Reduction
Cotton fabric (Blank)	1.1×10^6	$>3.0 \times 10^6$	-
2% w/v chitosan	-	-	-
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	1.1×10^6	3.3×10^3	99.70
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	1.1×10^6	2.7×10^4	97.54
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	1.1×10^6	2.2×10^5	80.00
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	1.1×10^6	1.9×10^6	0



รูปที่ 4.16 แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ของผ้าที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 1 ครั้ง

ตารางที่ 4.5 ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 5 ครั้ง

ผ้าฝ้าย	The number of bacteria CFU/Sample (0 h.)	The number of bacteria CFU/Sample (24 h.)	% Reduction
	(Blank)	(Sample)	
Cotton fabric (Blank)	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	
2% w/v chitosan	-	-	-
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	0
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	0
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	0
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	0



รูปที่ 4.17 แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ของผ้าที่ตกแต่งด้วยโคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS หลังซัก 5 ครั้ง

นอกจากนี้เรายังได้ตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้ายด้วย cationic PAMAM-CTS ซึ่งในขั้นตอนการตัดแปรรโคโตซานมีการกำจัด PAMAM-ester ส่วนเกินที่ไม่ทำปฏิกิริยากับโคโตซานออก โดยการล้างด้วยเมทานอล พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS มีประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์น้อยกว่ากรณีที่ใช้ crude product ทั้งนี้เนื่องจากในขั้นตอนของการสังเคราะห์ cationic PAMAM-CTS แบบไม่ได้กำจัด PAMAM-ester ส่วนเกินออก ได้มีการนำผลิตภัณฑ์ไประเหยเอาเมทานอลออกซึ่งคาดว่าในขั้นตอนนี้ปฏิกิริยาระหว่างโคโตซานและ PAMAM-ester ยังคงดำเนินต่อไป จึงทำให้ได้ยี่ลด์ของ PAMAM-CTS มากกว่าเมื่อเทียบกับวิธีการสังเคราะห์แบบแยก PAMAM-ester ออก ดังนั้นเมื่อทำปฏิกิริยาเมทิลเลชันกับ DMS ผลิตภัณฑ์ที่เป็น crude product จึงมีจำนวนหมู่ประจุบวกมากกว่า เป็นผลให้ประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดีกว่า

จากผลการทดสอบในตารางที่ 4.6 พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-CTS ชนิด G-0.5 และ G0.5 มีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ได้ 73.11 และ 46.23% ตามลำดับ เนื่องจากประจุบวกของ cationic PAMAM-CTS แต่ผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G1.5)PAMAM-CTS, cat.(G2.5)PAMAM-CTS และโคโตซานไม่สามารถยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ได้

ซึ่งผลการทดสอบสอดคล้องกับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ที่บ่มเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (รูปที่ 4.18)

ตารางที่ 4.6 ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS

ผ้าฝ้าย	The number of	The number of	% Reduction
	bacteria CFU/Sample (0 h.) (Blank)	bacteria CFU/Sample (24 h.) (Sample)	
Cotton fabric (Blank 1)	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	-
Cotton fabric (Blank 2)	9.3×10^5	$>3.0 \times 10^6$	-
2% w/v chitosan	1.0×10^6	$>3.0 \times 10^6$	0
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	9.3×10^5	2.5×10^5	73.11
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	9.3×10^5	5.0×10^5	46.23
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	9.3×10^5	$>3.0 \times 10^6$	0
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	9.3×10^5	$>3.0 \times 10^6$	0



Cotton fabric (Blank 1)



chitosan



Cotton fabric (Blank 2)



cat.(G-0.5)PAMAM-CTS



รูปที่ 4.18 แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ของผ้าที่ตกแต่งด้วยโคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS

4.4.5 ศึกษาผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน

นำผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester จำนวน 5 รุ่น คือ cat.(G-0.5)PAMAM, cat.(G0.5)PAMAM, cat.(G1.5)PAMAM, cat.(G2.5)PAMAM และ cat.(G3.5)PAMAM ที่ความเข้มข้นร้อยละ 5 (5% w/v) มาทดสอบความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียด้วยวิธี Shake flask method ตามมาตรฐาน AATCC Test Method 100-2004 ซึ่งพบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester สามารถยับยั้งเชื้อ *S. aureus* ได้ เนื่องจากประจุบวกของ cationic PAMAM-ester ยกเว้น cat.(G0.5)PAMAM ที่มีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อแบคทีเรียเป็น 0 แต่เมื่อสังเกตจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ที่บ่มเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 37 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (รูปที่ 4.19) พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G0.5)PAMAM มีจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ลดลงชัดเจนเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ ซึ่งผลการทดสอบเช่นเดียวกันกับผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester รุ่น G-0.5, G1.5, G2.5 และ G3.5 จากผลการทดสอบในตารางที่ 4.7 พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester มีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อแบคทีเรียสูงขึ้น เมื่อรุ่นของ cationic PAMAM-ester เพิ่มสูงขึ้น และผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cat.(G3.5)PAMAM มีประสิทธิภาพยับยั้งเชื้อแบคทีเรียสูงสุด 97.50% ทั้งนี้ เนื่องจาก cationic PAMAM-ester มีประจุบวกเพิ่มสูงขึ้นเมื่อรุ่นเพิ่มสูงขึ้น

ตารางที่ 4.7 ผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ

ผ้าฝ้าย	The number of bacteria CFU/Sample (0 h.)	The number of bacteria CFU/Sample (24 h.)	% Reduction
	(Blank)	(Sample)	
Cotton fabric (Blank 1)	3.3×10^5	$>3.0 \times 10^6$	-
Cotton fabric (Blank 2)	6.0×10^5	$>3.0 \times 10^6$	-
5% w/v cat.(G-0.5)PAMAM	3.3×10^5	2.1×10^5	36.36
5% w/v cat.(G0.5)PAMAM	3.3×10^5	3.4×10^5	0
5% w/v cat.(G1.5)PAMAM	3.3×10^5	2.0×10^5	39.39
5% w/v cat.(G2.5)PAMAM	3.3×10^5	5.3×10^4	83.93
5% w/v cat.(G3.5)PAMAM	6.0×10^5	1.5×10^4	97.50



Cotton fabric (Blank 1)



cat.(G-0.5)PAMAM



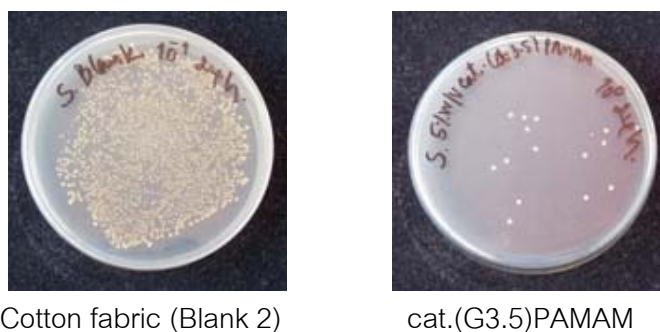
cat.(G0.5)PAMAM



cat.(G1.5)PAMAM



cat.(G2.5)PAMAM



Cotton fabric (Blank 2)

cat.(G3.5)PAMAM

รูปที่ 4.19 แสดงจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย *S. aureus* ของผ้าที่ตกแต่งด้วย cationic PAMAM-ester

4.5 ผลการปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน-ไคโตซาน

4.5.1 ศึกษาความขาวของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดเอมีน-ไคโตซาน

นำผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ และผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS มาวัดค่าความขาว และค่าความเหลือง ได้ผลดังตารางที่ 4.8 และ 4.9

จากผลการทดลองจะเห็นว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มีค่าความขาวสูงกว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน แต่น้อยกว่าผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ และเมื่อชนิดของ cationic PAMAM-CTS ที่ตัดแปรด้วย PAMAM-ester รุ่นเพิ่มสูงขึ้น ค่าความขาวจะสูงขึ้นด้วย ดังนี้ $\text{cat.}(G-0.5)\text{PAMAM-CTS} < \text{cat.}(G0.5)\text{PAMAM-CTS} < \text{cat.}(G1.5)\text{PAMAM-CTS} < \text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ ซึ่งผลสวนทางกับค่าความเหลือง ซึ่งจะมีค่าลดลง และผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซานมีค่าความเหลืองสูงสุด

ตารางที่ 4.8 ความขาว และความเหลืองของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ

ผ้าฝ้าย	ดัชนีความขาว	ดัชนีความเหลือง
Untreated	73.79	5.14
2% w/v chitosan	45.49	14.55
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	63.83	8.41
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	68.10	7.06
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	69.99	6.35
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	72.44	5.60

เมื่อศึกษาผลของปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ต่อค่าความขาว และค่าความเหลือง ซึ่งได้ทดสอบบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกตกแต่งผ้าฝ้ายด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ ที่ร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 (2, 4, 6, 8 และ 10% w/v) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS ทำให้ค่าความขาวลดลง ซึ่งผลสวนทางกับค่าความเหลืองที่มีค่าสูงขึ้น

สาเหตุที่ค่าความขาวของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซานลดลง และค่าความเหลืองเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะโครงสร้างของผ้าถูกทำลายด้วยกรด และไคโตซานมีหมู่เอมีนอิสระซึ่งจะเปลี่ยนสีได้ง่ายเมื่ออยู่ในอุณหภูมิอบแห้ง ส่วนผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มีค่าความขาวลดลง และค่าความเหลืองเพิ่มขึ้นเช่นกัน แต่มีความเหลืองน้อยกว่าไคโตซานทั้งนี้เพราะ cationic PAMAM-CTS มีปริมาณหมู่เอมีนอิสระใน cationic PAMAM-CTS ลดลงเมื่อเทียบกับไคโตซาน

ตารางที่ 4.9 ความขาว และความเหลืองของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ความเข้มข้นต่างๆ

ผ้าฝ้าย	ดัชนีความขาว	ดัชนีความเหลือง
Untreated	70.01	6.48
2% w/v chitosan	44.84	14.74
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	70.59	6.04
4% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	68.31	6.93
6% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	67.22	7.30
8% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	64.12	8.27
10% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	61.74	8.96

4.5.2 ศึกษาความสามารถในการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย และค่าความเข้มสีบนผ้าของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมีนโดเอมีน-ไคโตซาน

เพื่อศึกษาผลของ cationic PAMAM-ester รุ่นต่างๆ คือ G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5 ที่ใช้ในการดัดแปรไคโตซาน ต่อความสามารถในการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย และค่าความเข้มสีบนผ้าของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS โดยใช้ความเข้มข้นของไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ร้อยละ 2 (2% w/v) ปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยวิธีจุ่ม-บีบอัด โดยใช้เครื่อง padder ที่ 100% wet pick-up อบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศา

เซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที อบแห้งที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที ผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพได้ถูกนำมาย้อมด้วยสีย้อมรีแอกทีฟ Hiclon Red-HE-3B ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 ของน้ำหนักผ้า (1% o.w.f.) โดยย้อมที่อัตราส่วนวัสดุต่อน้ำย้อม 1:20 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการย้อม 45 นาที ค่าความสามารถในการดูดซึมสีย้อม ค่าความเข้มของสีบนผ้าย้อม ได้แสดงในรูปของค่าร้อยละความสามารถในการดูดซึมสีย้อม (%E) และค่า K/S ตามลำดับ ผลการทดลองพบว่าผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ให้ค่า %E สูงกว่าเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายธรรมดาที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ทั้งนี้เนื่องจากสีย้อมรีแอกทีฟมีความสามารถในการดูดซึมเข้าสู่เส้นใยได้ดี เนื่องจากผลของไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ช่วยในการเพิ่มความสามารถในการดูดซึมของสีย้อม

อย่างไรก็ตามค่า %E ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มีแนวโน้มลดลงเรื่อยๆ ตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ดังนี้ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS > cat.(G0.5)PAMAM-CTS > cat.(G1.5)PAMAM-CTS > cat.(G2.5)PAMAM-CTS ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของสาร cationic PAMAM-CTS บนผ้าซึ่งช่วยเพิ่มความสามารถในการดูดซึมสีย้อมมีปริมาณลดลงมากเมื่อเปรียบเทียบกับไคโตซาน ดูได้จาก %add-on พบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซานมี %add-on สูงสุด 1.242% และลดลงตามลำดับ และผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cat.(G2.5)PAMAM-CTS มีปริมาณต่ำสุดคือ 0.057% จึงเป็นสาเหตุให้ %E ลดลง ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ผลการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย (%E) ที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	%add-on	%E	
		ไม่เติมเกลือ	เติมเกลือ
Untreated	0	39.08	56.82
2% w/v chitosan	1.242	48.28	62.50
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	0.505	43.68	60.23
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.321	42.53	59.09
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	0.226	42.53	57.95
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	0.057	42.53	59.09

เมื่อศึกษาผลของปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ต่อความสามารถในการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย ซึ่งได้ทดสอบบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ ที่ร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 (2, 4, 6, 8 และ 10% w/v) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS ทำให้ความสามารถในการดูดซึมสีย้อมเพิ่มขึ้นด้วย และพบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ 8% w/v มีค่า %E ใกล้เคียงกับผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน เมื่อดู %add-on ของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ 8% w/v พบว่ามีค่า 0.966% ซึ่งน้อยกว่าของไคโตซานที่มีค่า 1.279% ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.11

จากผลการทดลองมีความเป็นไปได้ว่า ถ้าปริมาณไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่อยู่บนผ้าฝ้ายมีปริมาณเท่ากัน ผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS จะมีความสามารถในการดูดซึมสีย้อมสูงกว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน

ตารางที่ 4.11 ผลการดูดซึมสีย้อมรีแอกทีฟของผ้าฝ้าย (%E) ที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	%add-on	%E	
		ไม่เติมเกลือ	เติมเกลือ
Untreated	0	38.46	48.89
2% w/v chitosan	1.279	46.15	57.78
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.298	42.68	54.44
4% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.412	42.68	55.56
6% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.559	46.15	56.67
8% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.966	46.15	58.89
10% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	1.038	47.25	57.78

ตารางที่ 4.12 แสดงค่าความเข้มข้นบนผ้าย้อม (K/S) ของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ 2% w/v ผลการทดลองพบว่าผ้าที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ให้ค่า K/S สูงกว่าเมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายธรรมดาที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ทั้งนี้เนื่องจากสีย้อมรีแอกทีฟสามารถเกิดแรงยึดเกาะติดกับเส้นใยได้มากกว่า ซึ่งเป็นผลมาจากไคโตซานและ cationic PAMAM-CTS เนื่องจากหมู่อะมิโน ($-NH_2$) ของไคโตซานมีความสามารถในการทำปฏิกิริยากับสีรีแอกทีฟ เมื่อไคโตซานถูกละลายในสารละลายกรดอินทรีย์

เช่นกรดแอสติติก หมู่อะมิโนจะกลายเป็นหมู่แอมโมเนียมที่แสดงประจุบวก ($-\text{NH}_3^+$) จึงทำให้สารพวกประจุลบอย่างสียรีแอกทีฟ ถูกดึงดูดหรือเข้ามาเกาะกับประจุบวกของไคโตซาน ที่ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการผนึกสีย้อมจึงทำให้ได้ความเข้มสีสูงกว่า และประจุบวกของ cationic PAMAM-CTS ยังช่วยเพิ่มความสามารถในการการทำปฏิกิริยากับสียรีแอกทีฟได้อีกด้วย

อย่างไรก็ตามค่า K/S ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มีแนวโน้มลดลงเรื่อยๆ ตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ดังนี้ $\text{cat.}(G0.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G1.5)\text{PAMAM-CTS} > \text{cat.}(G2.5)\text{PAMAM-CTS}$ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของสาร cationic PAMAM-CTS บนผ้า (%add-on) มีปริมาณลดลงมากเมื่อเปรียบเทียบกับไคโตซาน ประจุบวกบนผ้าจึงลดลงด้วย ส่งผลให้แรงดึงดูดระหว่างสีย้อมกับผ้าลดลง ค่าความเข้มสีของผ้าจึงน้อยกว่าผ้าที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน ซึ่งผลการทดลองสอดคล้องกับ %E

ตารางที่ 4.12 ความเข้มสี (K/S) ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	%add-on	K/S	
		ไม่เติมเกลือ	เติมเกลือ
ผ้าฝ้าย	0	2.316	3.548
2% w/v chitosan	1.242	3.247	4.662
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	0.505	2.865	4.230
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.321	2.682	3.948
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	0.226	2.561	3.797
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	0.057	2.547	3.774

เมื่อศึกษาผลของปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ต่อค่าความเข้มสีบนผ้าย้อม ซึ่งได้ทดสอบบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ ที่ร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 (2, 4, 6, 8 และ 10% w/v) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS ทำให้ค่าความเข้มสีบนผ้าย้อมเพิ่มสูงขึ้นด้วย และพบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ 8% w/v และ 10% w/v มีค่า K/S ใกล้เคียงกับผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน เมื่อดู %add-on ของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย

cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ 8% w/v และ 10% w/v พบว่ามีค่า 0.966% และ 1.038% ตามลำดับ ซึ่งน้อยกว่าของไคโตซานที่มีค่า 1.279% ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.13

จากผลการทดลองมีความเป็นไปได้ว่า ถ้าปริมาณไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่อยู่บนผ้าฝ้ายมีปริมาณเท่ากัน ผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS จะมีค่าความเข้มข้นฝ้ายย้อมสูงกว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน

ตารางที่ 4.13 ความเข้มข้น (K/S) ของผ้าฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	%add-on	K/S	
		ไม่เติมเกลือ	เติมเกลือ
Untreated	0	2.385	3.159
2% w/v chitosan	1.279	3.532	4.305
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.298	2.938	3.688
4% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.412	3.136	4.030
6% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.559	3.279	4.187
8% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	0.966	3.424	4.327
10% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	1.038	3.572	4.230

4.5.3 การทดสอบความคงทนของสีต่อการซัก

เพื่อศึกษาผลของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ คือ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS, cat.(G1.5)PAMAM-CTS และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS ต่อความคงทนสีต่อการซัก ตามมาตรฐานการทดสอบ ISO 105-C06:2010 (A1M) เปรียบเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ผลการทดสอบพบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS มีค่าความคงทนสีต่อการซักต่ำสุด ทั้งกรณีการเปลี่ยนแปลงสีของชิ้นทดสอบ และการติดเป็อนสีบนผ้าฝ้ายขาว ทั้งนี้เนื่องจากปัญหาการย้อมผิวผ้าของฟิล์มไคโตซาน ทำให้ความคงทนสีต่อการซักลดลง อย่างไรก็ตามผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มีแนวโน้มดีขึ้น ตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ที่ตัดแปรด้วย PAMAM-ester เมื่อมีรุ่นสูงขึ้น เนื่องจากปริมาณไคโตซานที่ลดลงนั่นเอง ผลการทดสอบแสดงในตารางที่ 4.14

ตารางที่ 4.14 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการซักของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	ความคงทนสีต่อการซัก			
	ไม่เติมเกลือ		เติมเกลือ	
	เปลี่ยนสี	ตกเปื้อน	เปลี่ยนสี	ตกเปื้อน
Untreated	4/5	4/5	4/5	4/5
2% w/v chitosan	4/5	4	4	4
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	4/5	4	4	4
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	4	4	4/5
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	4/5	4	4/5	4/5
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	4/5	4/5	4/5	4/5

แต่เมื่อศึกษาผลของปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ต่อความคงทนสีต่อการซัก เปรียบเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ซึ่งได้ทดสอบบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ ที่ร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 (2, 4, 6, 8 และ 10% w/v) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS ทำให้ความคงทนสีต่อการซักลดลงตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากปัญหาการย้อมผิวผ้าเช่นเดียวกับไคโตซาน ผลการทดสอบแสดงในตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.15 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการซักของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	ความคงทนสีต่อการซัก			
	ไม่เติมเกลือ		เติมเกลือ	
	เปลี่ยนสี	ตกเปื้อน	เปลี่ยนสี	ตกเปื้อน
Untreated	4/5	4/5	4/5	4/5
2% w/v chitosan	4/5	4	4/5	4
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	4	4	4
4% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4	4	4	4/5
6% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4	4/5	4	4
8% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4	4	4	4
10% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	4	4	4

4.5.4 การทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถู

เพื่อศึกษาผลของผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ คือ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS, cat.(G1.5)PAMAM-CTS และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS ต่อความคงทนของสีต่อการขัดถู ตามมาตรฐานการทดสอบ AATCC Test Method 8-2007 เปรียบเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ผลการทดสอบพบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS มีค่าความคงทนสีต่อการขัดถูต่ำสุด โดยเฉพาะกรณีผ้าเปียก ซึ่งมีการเปื้อนติดสีปานกลาง และกรณีผ้าแห้งที่มีการติดเปื้อนสีเล็กน้อย ทั้งนี้เนื่องจากปัญหาการข้อมผิวผ้าของฟิล์มไคโตซาน ทำให้สีข้อมสะสมที่ผิวผ้ามากกว่าซึมเข้าไปในเส้นใย ความคงทนสีต่อการขัดถูจึงลดลง อย่างไรก็ตามผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วย cationic PAMAM-CTS มีแนวโน้มดีขึ้น ตามชนิดของ cationic PAMAM-CTS ที่ตัดแปรด้วย PAMAM-ester เมื่อมีรุ่นสูงขึ้น เนื่องจากปริมาณไคโตซานที่ลดลงนั่นเอง ผลการทดสอบแสดงในตารางที่ 4.16

ตารางที่ 4.16 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการขัดถูของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ชนิดต่างๆ

ผ้าฝ้ายข้อม	ความคงทนสีต่อการขัดถู			
	ไม่เต็มเกลือบ		เต็มเกลือบ	
	ภาวะแห้ง	ภาวะเปียก	ภาวะแห้ง	ภาวะเปียก
Untreated	5	4	4/5	4
2% w/v chitosan	4/5	3	4/5	3
2% w/v cat.(G-0.5)PAMAM-CTS	4/5	3	4/5	3
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	3/4	4/5	3
2% w/v cat.(G1.5)PAMAM-CTS	4/5	3/4	4/5	3/4
2% w/v cat.(G2.5)PAMAM-CTS	4/5	3/4	4/5	3/4

แต่เมื่อศึกษาผลของปริมาณสาร cationic PAMAM-CTS ต่อความคงทนสีต่อการขัดถู เปรียบเทียบกับผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ซึ่งได้ทดสอบบางตัวอย่างเท่านั้น โดยเลือกปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วย cat.(G0.5)PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ ที่ร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS ทำให้ความคงทนสีต่อการขัดถูลดลงตามลำดับ โดยเฉพาะกรณีผ้าเปียก ซึ่งมีการเปื้อนติดสีปานกลางถึงมาก

ทั้งนี้เนื่องจากปัญหาการย้อมผิวผ้าเช่นเดียวกับไคโตซาน ทำให้สีย้อมสะสมที่ผิวผ้ามากกว่าซึมเข้าไปในเส้นใย เมื่อโดนขจัดถูไปมาสีจึงหลุดออกได้ง่าย ความคงทนสีต่อการขจัดถูจึงลดลง

ตารางที่ 4.17 ผลการทดสอบความคงทนของสีต่อการขจัดถูของผ้าฝ้าย ที่ปรับสภาพด้วยไคโตซาน และ cationic PAMAM-CTS ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ผ้าฝ้ายย้อม	ความคงทนสีต่อการขจัดถู			
	ไม่เต็มเกลือบ		เต็มเกลือบ	
	ภาวะแห้ง	ภาวะเปียก	ภาวะแห้ง	ภาวะเปียก
Untreated	5	4	4/5	4
2% w/v chitosan	4/5	3/4	4/5	3/4
2% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	3/4	4/5	3
4% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	3	4/5	3
6% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	3	4/5	3
8% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	3	4/5	2/3
10% w/v cat.(G0.5)PAMAM-CTS	4/5	2/3	4/5	2/3

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

แคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซานได้เตรียมขึ้นจากการดัดแปรโคโตซานด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน รุ่นต่างๆ คือ G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5 ได้เป็นแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน ชนิดต่างๆ ดังนี้ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS, cat.(G0.5)PAMAM-CTS, cat.(G1.5)PAMAM-CTS และ cat.(G2.5)PAMAM-CTS การติดตามปฏิกิริยาได้อาศัยเทคนิค ATR-FTIR และวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$

ได้นำแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน ที่เตรียมได้ไป ตกแต่งสำเร็จผ้าฝ้าย แล้วได้ทดสอบผลการต้านเชื้อแบคทีเรียของผ้าฝ้ายที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ พบว่าผ้าฝ้ายที่ตกแต่งด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน จำนวน 4 ชนิด (G-0.5, G0.5, G1.5 และ G2.5) สามารถยับยั้งเชื้อ *S. aureus* ได้ดี ผลของการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียเนื่องมาจากประจุบวกของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน สามารถเจาะผนังเซลล์ของแบคทีเรียและทำให้เซลล์ตายในที่สุด อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียลดลงตามชนิดของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน ที่ดัดแปรด้วยไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีนเมื่อมีรุ่นสูงขึ้น ทั้งนี้เพราะปริมาณสารแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซานที่อยู่บนผ้าฝ้ายมีปริมาณลดลงตามลำดับ เมื่อรุ่นของไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีนที่ใส่ดัดแปรเพิ่มสูงขึ้น ดูได้จาก %add-on ส่งผลให้ประจุบวกที่อยู่บนผ้าฝ้ายลดลงตามลำดับ ทำให้ประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียลดลง

ความคงทนของแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซานบนผ้าฝ้ายได้ทำการทดสอบโดยมาตรฐานการซัก ISO 105-C06:2010 (A1M) ซึ่งพบว่าแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซานชนิด cat G-0.5 PAMAM-CTS เมื่อผ่านการซัก 1 ครั้ง มีความคงทนดีที่สุดเพราะมีปริมาณสารบนผ้ามากหรือ %add-on มากที่สุด ทำให้โอกาสที่สารติดบนผิวผ้ามากกว่าชนิดอื่นๆ

ผลของการปรับสภาพผ้าฝ้ายด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน ต่อความสามารถในการดูดซับสีย้อม พบว่าผ้าที่ผ่านการปรับสภาพแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิแอมิโดแอมีน-โคโตซาน มีการดูดซับสีย้อมสูงขึ้น และค่าความเข้มสีบนผ้าสูงขึ้น เมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายธรรมดาที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ เนื่องจากประจุบวกของแคตไอออนิก

ไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดเอมีน-โคโตซาน ช่วยดึงดูประจุลบของสีรีแอกทีฟ จึงเพิ่มความสามารถในการดูดซึมของสีย้อม แต่น้อยกว่าโคโตซานที่ความเข้มข้นเดียวกัน เนื่องจากปริมาณสารบนผ้า (% add-on) น้อยกว่า เมื่อทดสอบความคงทนสีต่อการซัก และความคงทนสีต่อการขัดถู พบว่าผ้าฝ้ายที่ปรับสภาพด้วยโคโตซาน และแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดเอมีน-โคโตซาน มีความคงทนสีต่อการซัก และความคงทนสีต่อการขัดถูลดลง เมื่อเทียบกับผ้าฝ้ายธรรมดาที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ทั้งนี้เนื่องจากปัญหาการย้อมผิวผ้านั่นเอง

5.2 ข้อเสนอแนะ

การปรับสภาพผ้าฝ้ายเพื่อศึกษาความสามารถการย้อมติดสีรีแอกทีฟ และตกแต่งสำเร็จด้านแบคทีเรีย ด้วยแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดเอมีน-โคโตซาน เปรียบเทียบกับโคโตซาน ควรจะเปรียบเทียบที่ปริมาณสารบนผ้า (% add-on) เท่ากัน เนื่องจากสารแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดเอมีน-โคโตซาน ที่สังเคราะห์ได้มีความไม่บริสุทธิ์เนื่องกรรมวิธีในการสังเคราะห์และข้อจำกัดต่างๆ การศึกษาที่ความเข้มข้นของสารเดียวกันจึงไม่สามารถเปรียบเทียบผลที่ถูกต้องได้ หรือไม่เช่นนั้นก็นำสารแคตไอออนิกไฮเพอร์บรานซ์พอลิเอมิโดเอมีน-โคโตซานที่สังเคราะห์ได้ไปผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ก่อนนำมาใช้

รายการอ้างอิง

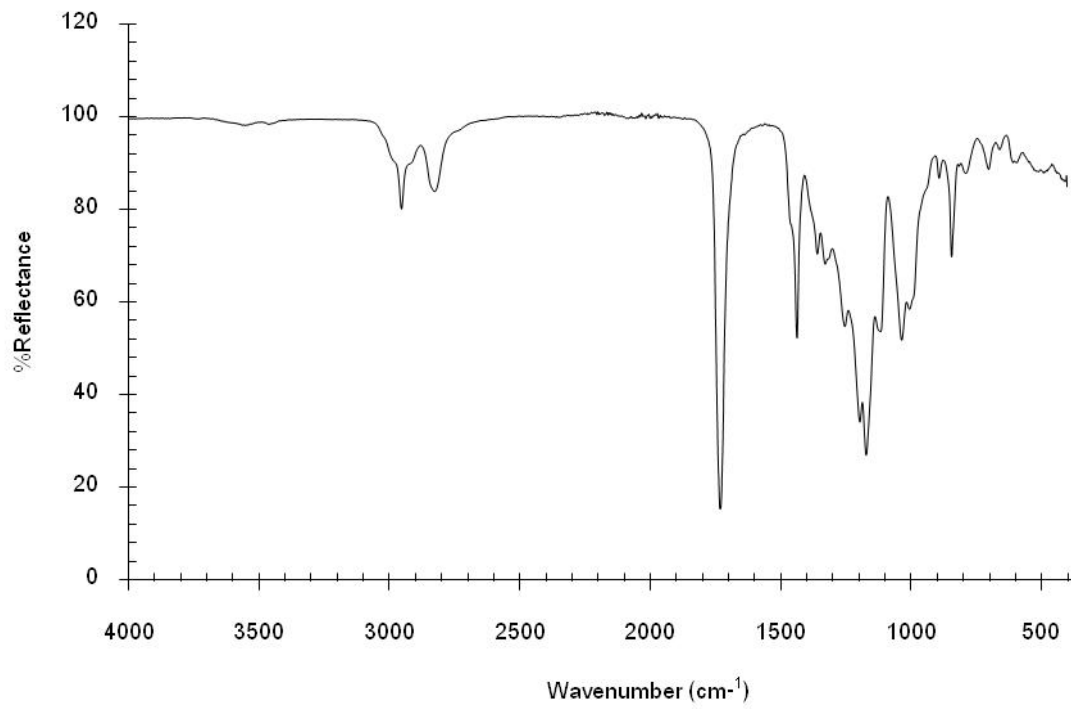
- [1] Bellini, P., Bonetti, F., Franzetti, E., Rosace, G., and Vago, S. Reference Books of Textile Technologies : Finishing. 3rd. Milan : Italian Association of Textile Machinery Producers (ACIMIT), 2002.
- [2] Zhang, Z., Chen, L., Ji, J., Huang, Y., and Chen, D. Antibacterial Properties of Cotton Fabrics Treated with Chitosan. Textile Research Journal 73 (2003) : 1103-1106.
- [3] Shore, J. Cellulosics Dyeing. UK : Society of Dye and Colourist, 1995.
- [4] Srikulkit, K., and Larpsuriyakul, P. Process of Dyeability Modification and Bleaching of Cotton in a Single Bath. Coloration Technology 118 (2002) : 79-84.
- [5] Houshyar, S., and Amirshahi, S. H. Treatment of Cotton with Chitosan and Its Effect on Dyeability with Reactive dyes. Iranian Polymer Journal 11 (2002) : 295-301.
- [6] Wakelyn, P. J., and others. Cotton Fiber Chemistry and Technology. New York : Taylor & Francis/CRC, 2006.
- [7] Mather, R. R., and Wardman, R. H. The Chemistry of Textile Fibers. 3. UK : Royal Society of Chemistry, 2011.
- [8] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา. วิทยาศาสตร์เส้นใย. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
- [9] Vigo, T. V. Textile Processing and Properties. Netherlands : Elsevier B.V., 1994.
- [10] กาวี ศรีกุลกิจ. หลักการย้อมสีสิ่งทอ Principle of Textile Dyeing (ตอน 8) วารสารคัลเลอร์ 8, (พฤษภาคม-มิถุนายน 2545) : 55-58
- [11] Schindler, W. D., and Hauser, P. J. Chemical Finishing of Textiles. Cambridge, England : Woodhead Publishing, 2004.
- [12] ภาวดี เมธะคานนท์, อศิรา เฟื่องฟูชาติ และ ก้องเกียรติ คงสุวรรณ. ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับไคติน-ไคโตซาน. กรุงเทพมหานคร : ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2554.
- [13] Venugopa V. Marine Products for Healthcare Functional and Bioactive Nutraceutical Compounds from the Ocean. New York : Taylor & Francis/CRC, 2009.
- [14] Majeti, N.V., and Kumar, R. A Review of Chitin and Chitosan Applications. Reactive & Functional Polymers 46 (2000) : 1-27

- [15] Alvarenga, E. S., Characterization and Properties of Chitosan. Biotechnology of Biopolymers (2011) : 91-108.
- [16] Khor, E., and Lim, L. Y. Implantable Applications of Chitin and Chitosan. Biomaterials 24 (2003) : 2339-2349.
- [17] Dutta, P. K, Dutta, J., and Tripathi, V. S. Chitin and Chitosan Chemistry, Properties and Applications. Journal of Scientific & Industrial Research 63 (2004) : 20-30.
- [18] Aranaz, I., and others. Functional Characterization of Chitin and Chitosan. Current Chemical Biology 3 (2009) : 203-230.
- [19] Tomalia, D. A., and others. A New Class of Polymers Starburst-Dendritic Macromolecules. Polymer Journal 17(1985) : 117-132.
- [20] Vogtle, F., Gestermann, S., Hesse, R., Schwierz, H., and Windisch, B. Functional Dendrimers. Progress in Polymer Science 25 (2000) : 987-1041.
- [21] Esfand, R., and Tomalia, D. A. Poly (amidoamine) (PAMAM) dendrimers : from Biomimicry to Drug Delivery and Biomedical Applications. Drug Discovery Today 6 (2001) : 427-436.
- [22] Tomalia, D. A., and Durst, H. D. Genealogically Directed Synthesis: Starburst/Cascade Dendrimers and Hyperbranched Structures. Topics in Current Chemistry 165 (1993) : 193-313.
- [23] Odian, G. Principles of Polymerization. 4th. New Jersey : Wiley-Interscience, 2004.
- [24] Peterson, J., Ebber, A., Allikmaa, V., and Lopp, M. Synthesis and CZE Analysis of PAMAM Dendrimers with Ethylenediamine Core. Proceedings of the Estonian Academy of Sciences 50 (2001) : 156-166.
- [25] Devarakonda, B., Hill, R. A., and Villiers, M. M. The Effect of PAMAM Dendrimer Generation Size and Surface Functional Group on the Aqueous Solubility of Nifedipine. International Journal of Pharmaceutics 284 (2004) : 133-140.
- [26] Ebber, A., Vaher, M., Peterson, J., and Lopp, M. Application of Capillary Zone Electrophoresis to the Separation and Characterization of Poly(amidoamine) Dendrimers with an Ethylenediamine Core. Journal of Chromatography 949 (2002) : 351-358.

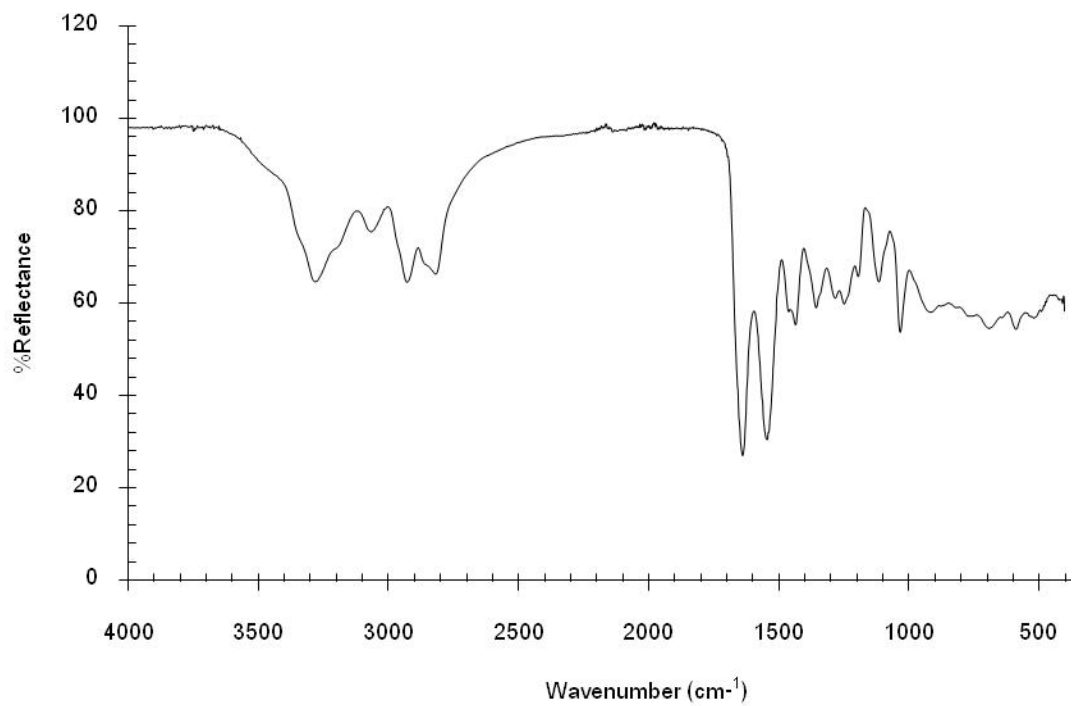
- [27] Klaykruayat, B., Siralermukul, K., and Srikulkit, K. Chemical Modification of Chitosan with Cationic Hyperbranched Dendritic Polyamidoamine and Its Antimicrobial Activity on Cotton Fabric. Carbohydrate Polymers 80(2010) : 197-207.
- [28] Burkinshaw, S.M., Mignanelli, M., Froehling, P. E., and Bide, M. J. The Use of Dendrimers to Modify the Dyeing Behavior of Reactive Dyes on Cotton. Dyes and Pigments 47(2000) : 259-267.
- [29] Suitcharit, C., Awae, F., Sengmama, W., and Srikulkit, K. Preparation of Depolymerized Chitosan and Its Effect on Dyeability of Mangosteen Dye. Chiang Mai Journal of Science 38(2011) : 473-484.
- [30] Gupta, D., and Haile, A. Multifunctional Properties of Cotton Fabric Treated with Chitosan and Carboxymethyl Chitosan. Carbohydrate Polymers 69(2007) : 164-171.
- [31] Seong, H. S., Kim, J. P., and Ko, S. W. Preparing Chito-oligosaccharides as Antimicrobial Agents for Cotton. Textile Research Journal 69(1999) : 483-488.
- [32] Tokuhisa, H., and Crooks, R. M. Interactions between Organized, Surface-Confined Monolayers and Vapor-Phase Probe Molecules. 12. Two New Methods for Surface-Immobilization and Functionalization of Chemically Sensitive Dendrimer Surfaces. Langmuir 13(1997) : 5608-5612.
- [33] Klaykruayat, B. Synthesis of Cationic Hyperbranched Polyamidoamine Dendrimer and Comparison of Its Antimicrobial Activity with Chitosan. Doctor's Thesis Department of Material Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2009.
- [34] Punyacharoennon, P. Synthesis and Characterization of Polyamidoamine Dendrimer Nanopolymers. Doctor's Thesis Department of Material Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2008.
- [35] Liu, Y., and others. Brain-targeting Gene Delivery and Cellular Internalization Mechanisms for Modified Rabies Virus Glycoprotein RVG29 Nanoparticles. Biomaterials 30(2009) : 4195-4202.

ภาคผนวก

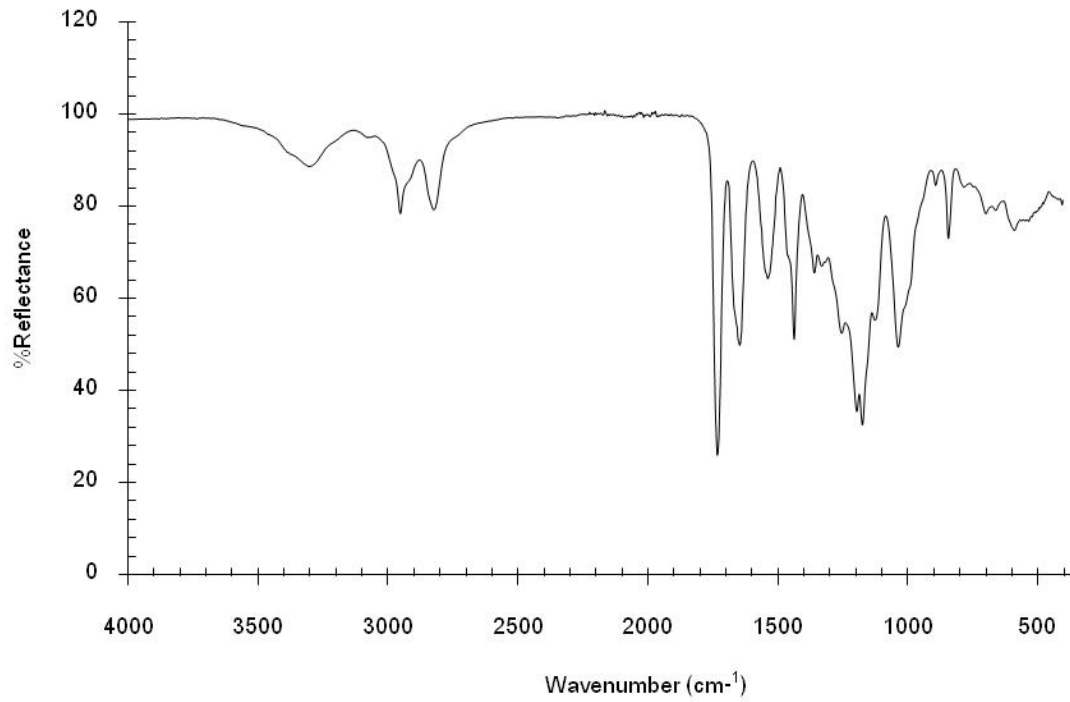
ภาคผนวก



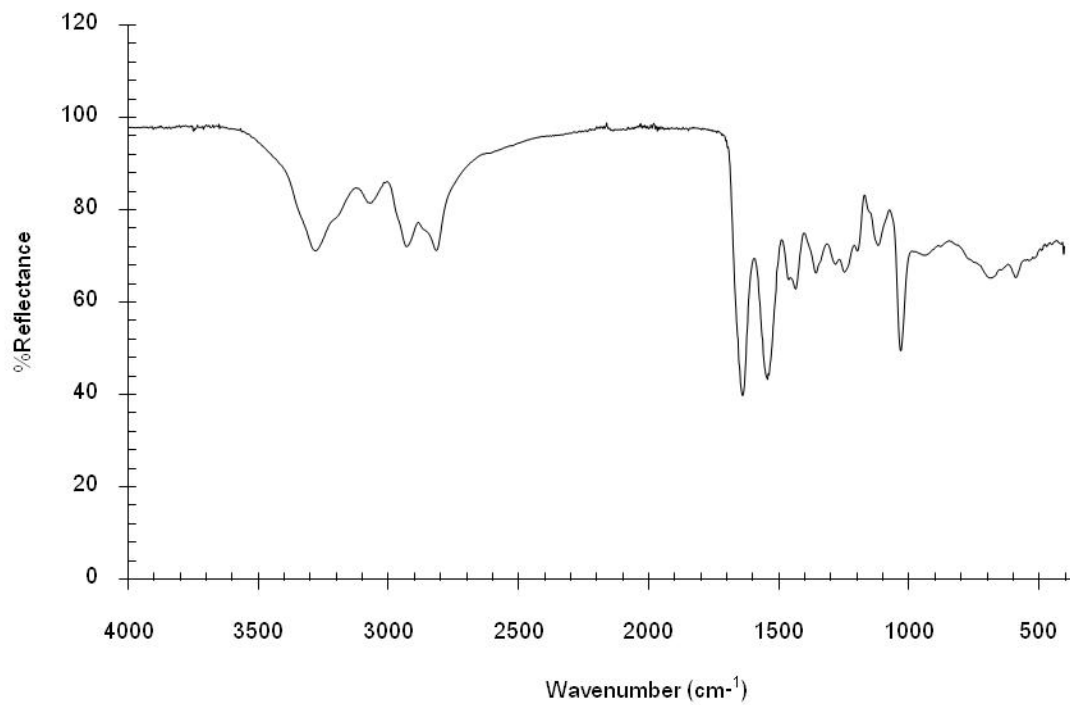
รูปที่ 1 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G-0.5PAMAM



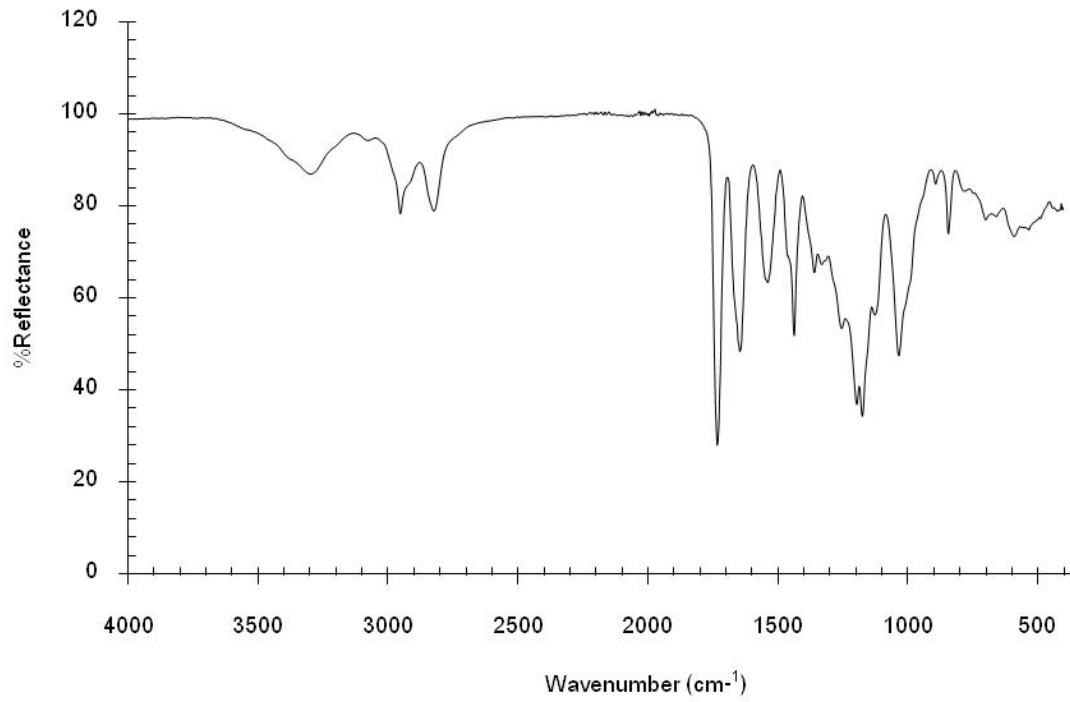
รูปที่ 2 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G0.0PAMAM



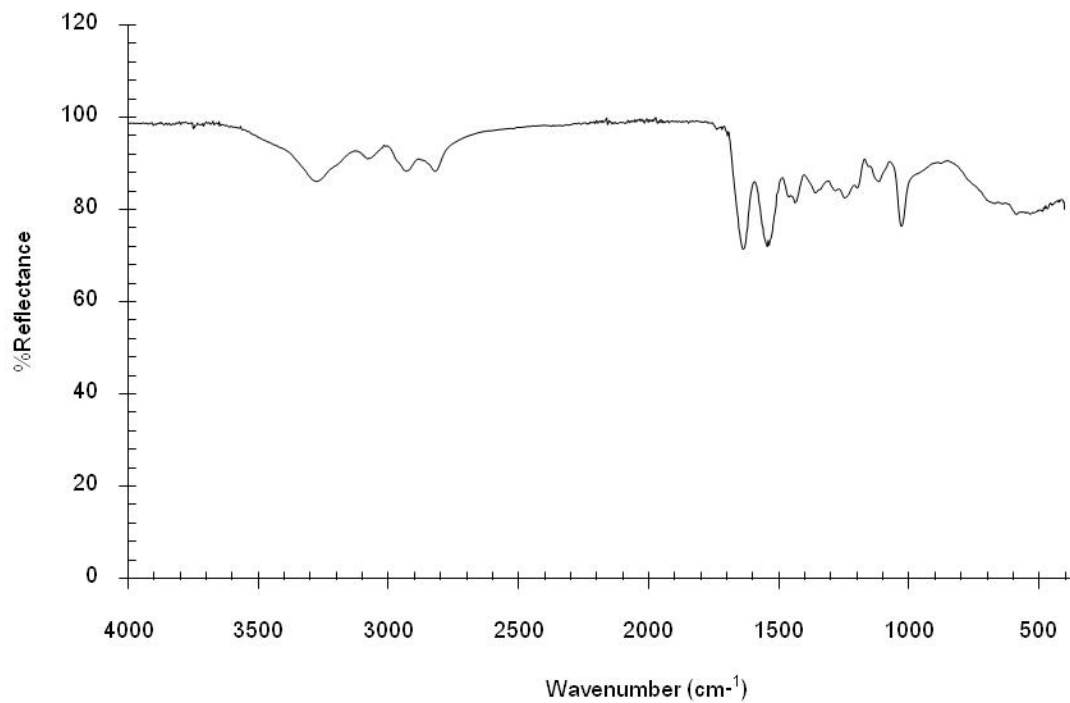
รูปที่ 3 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G0.5PAMAM



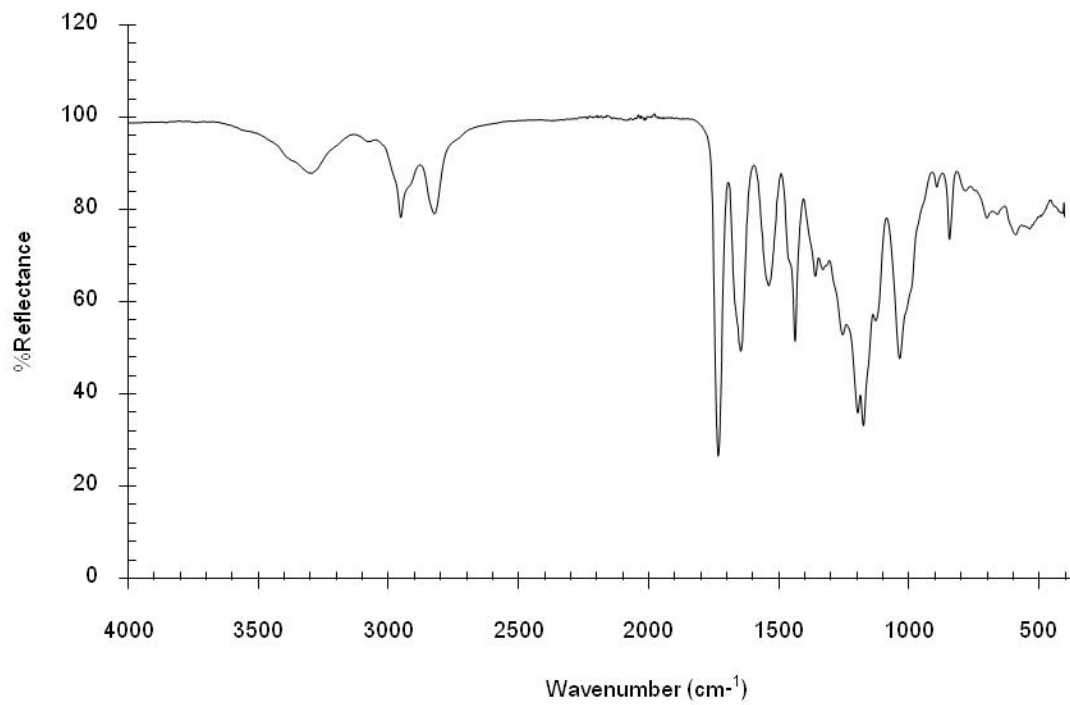
รูปที่ 4 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G1.0PAMAM



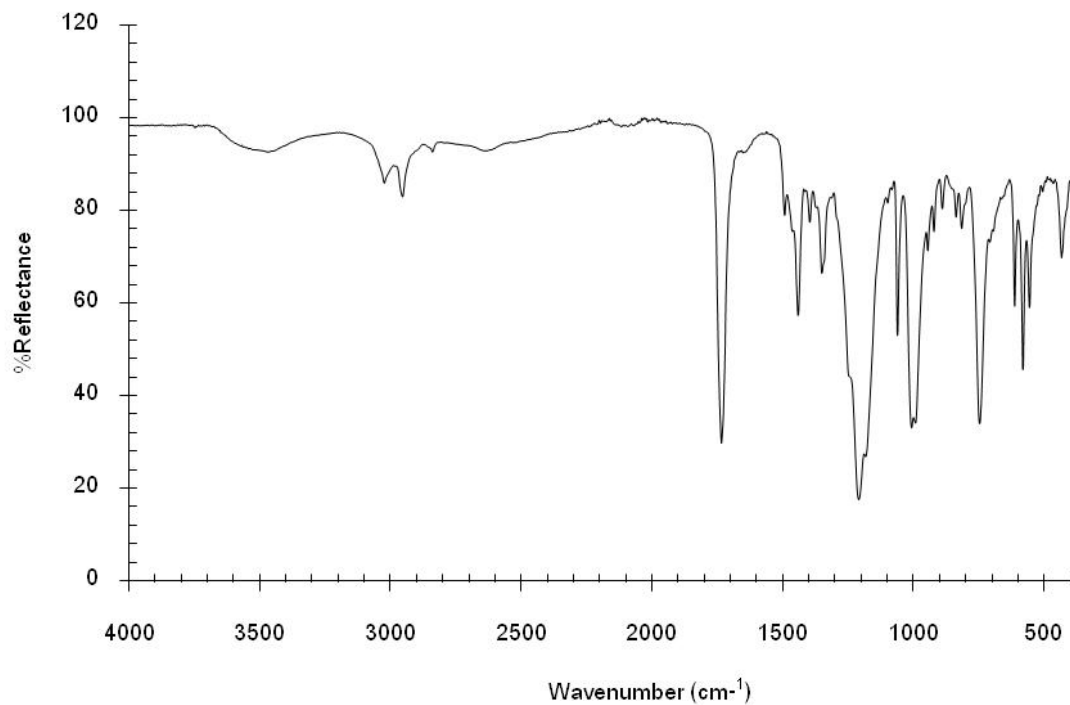
รูปที่ 5 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G1.5PAMAM



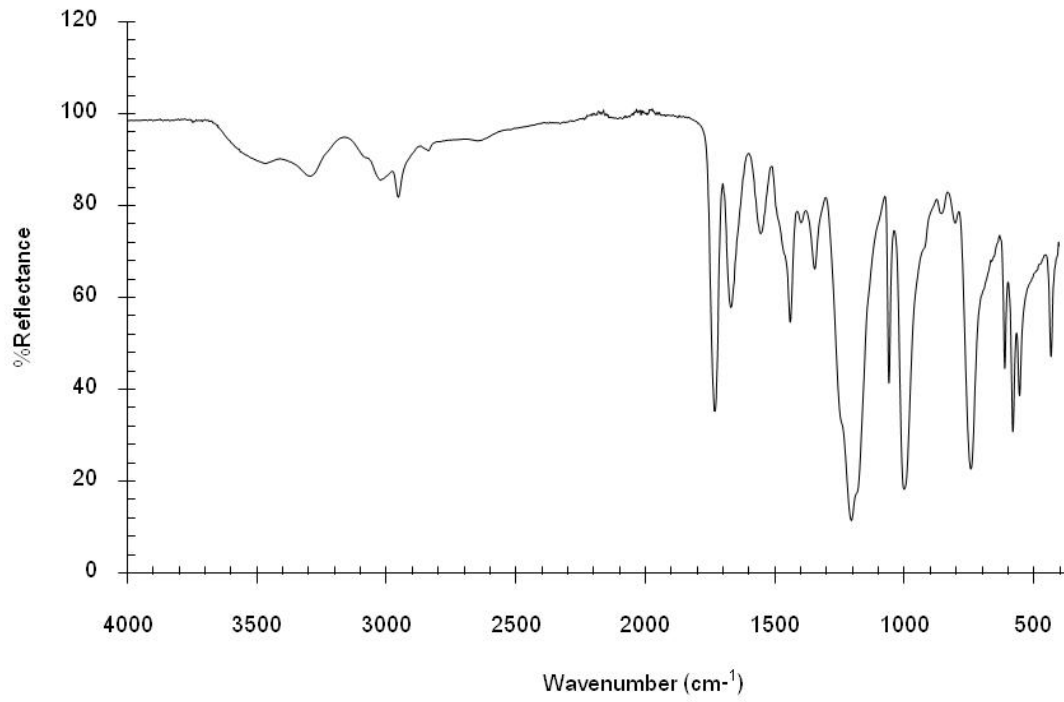
รูปที่ 6 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G2.0PAMAM



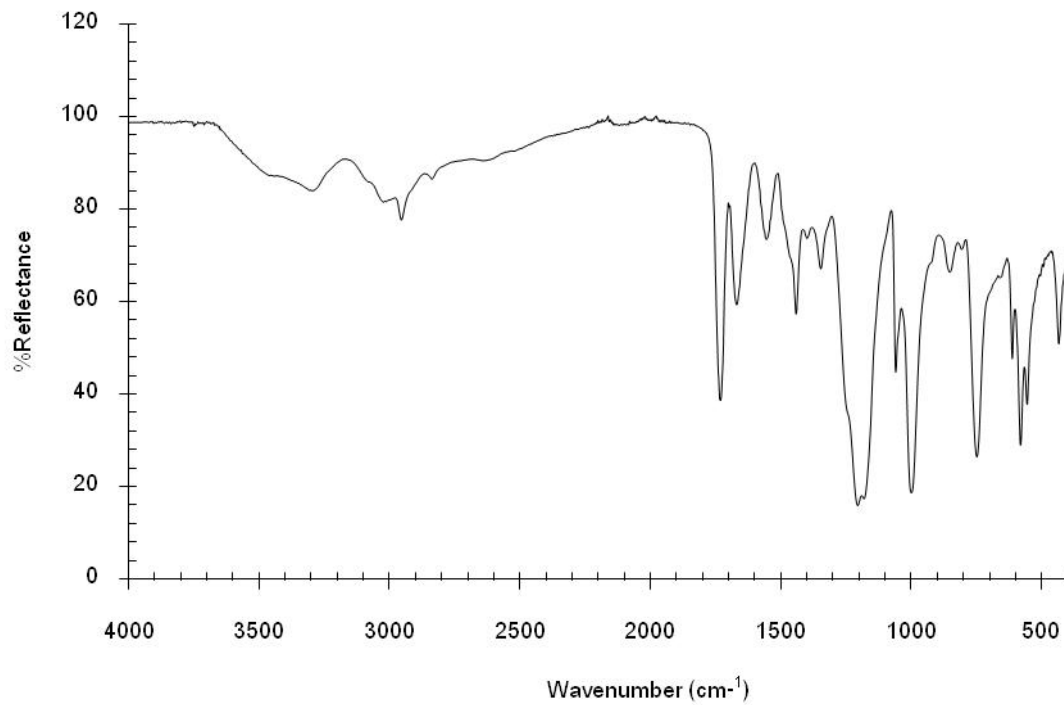
รูปที่ 7 ATR-FTIR สเปกตรัมของ G2.5PAMAM



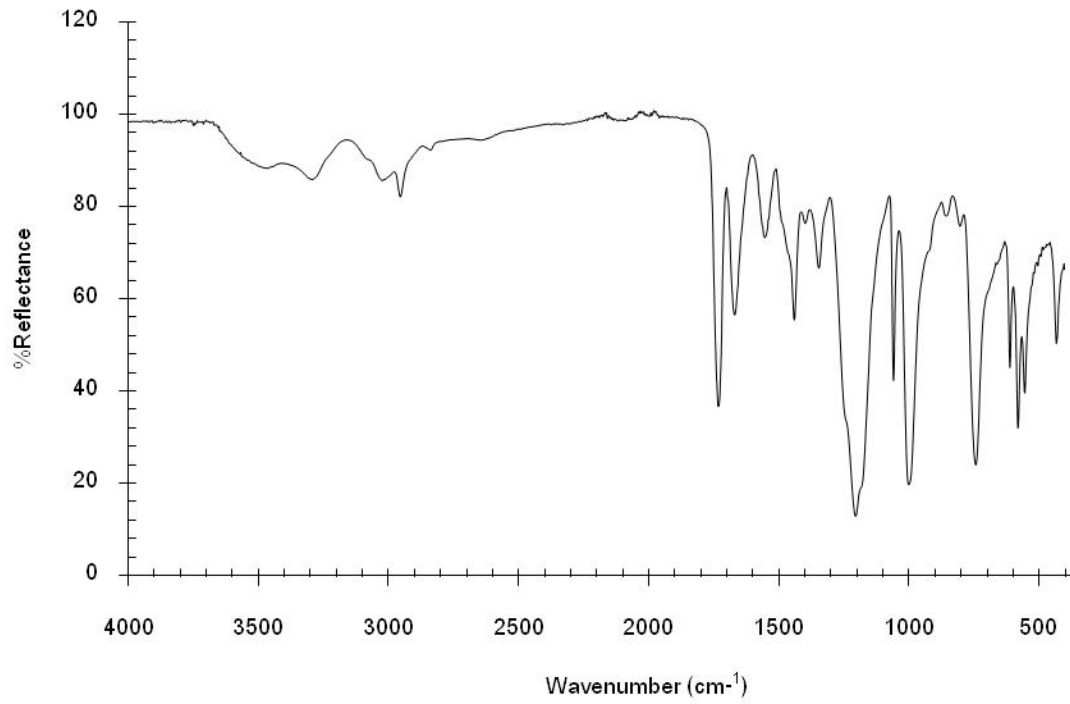
รูปที่ 8 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.G-0.5PAMAM



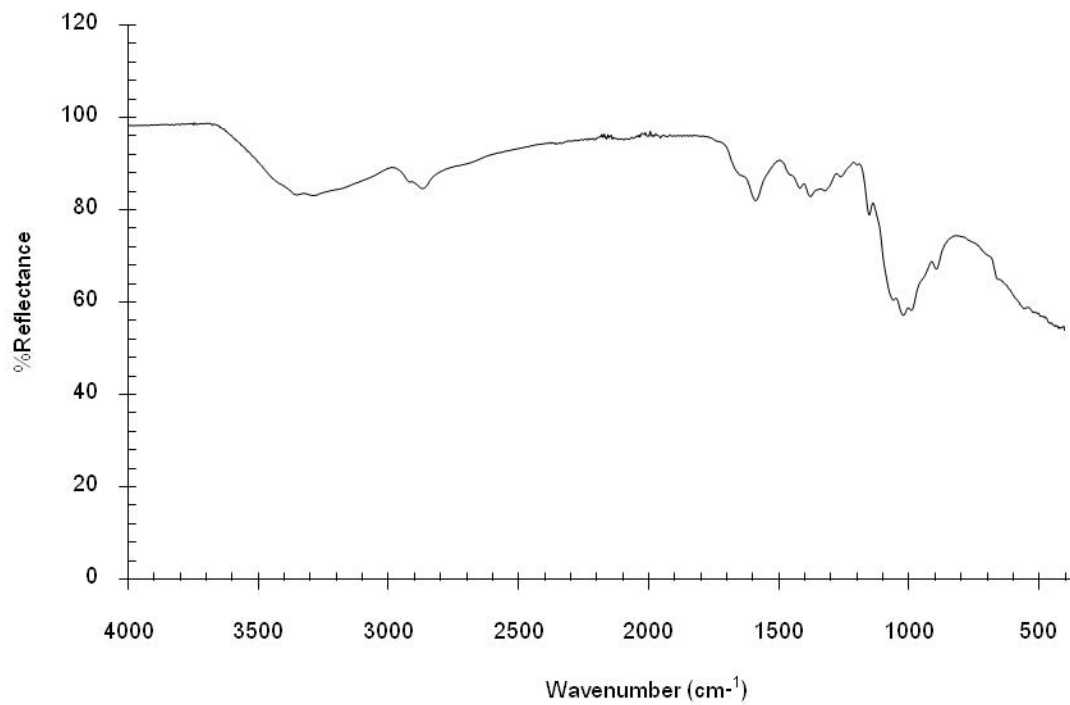
รูปที่ 9 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.G0.5PAMAM



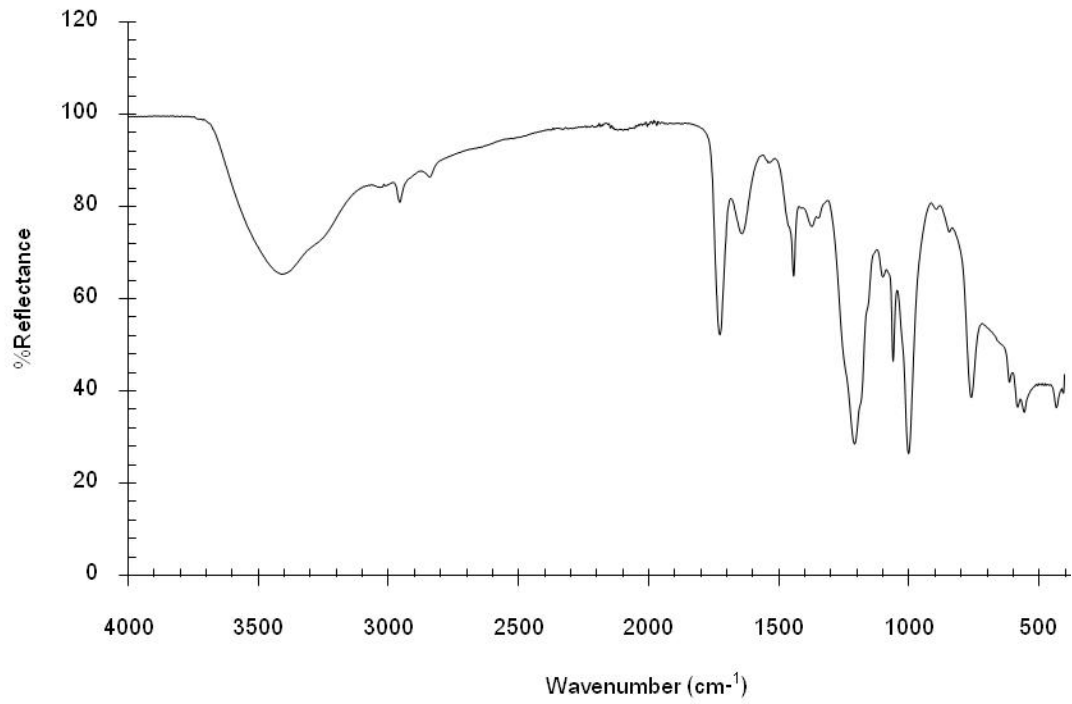
รูปที่ 10 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.G1.5PAMAM



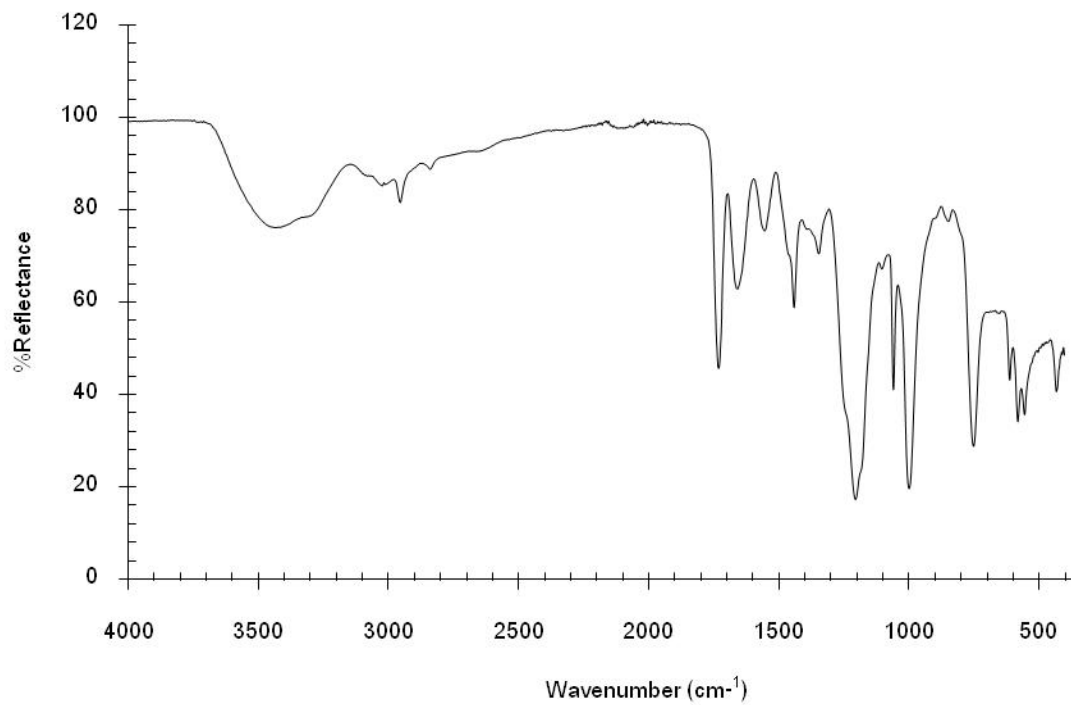
รูปที่ 11 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.G2.5PAMAM



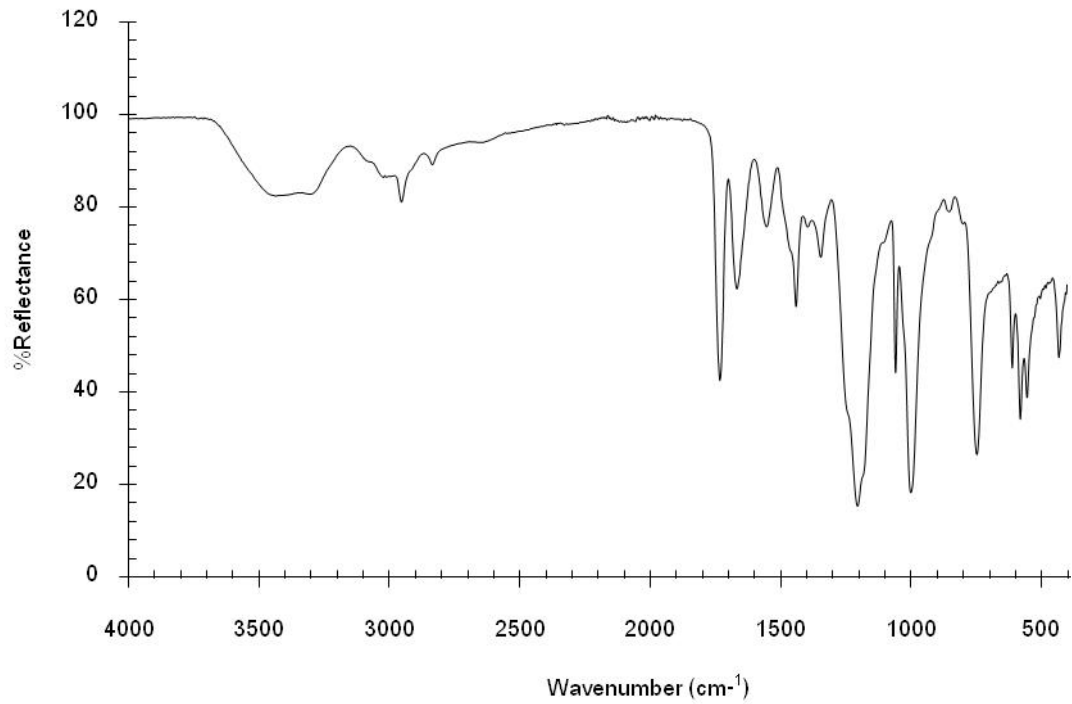
รูปที่ 12 ATR-FTIR สเปกตรัมของ chitosan



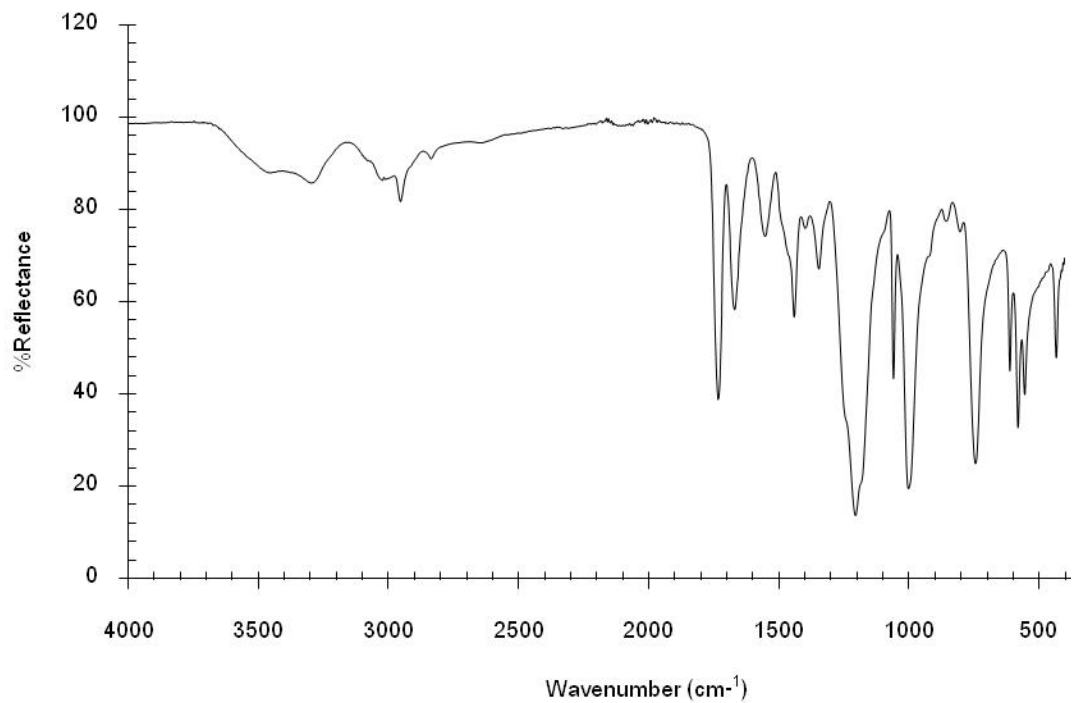
รูปที่ 13 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS



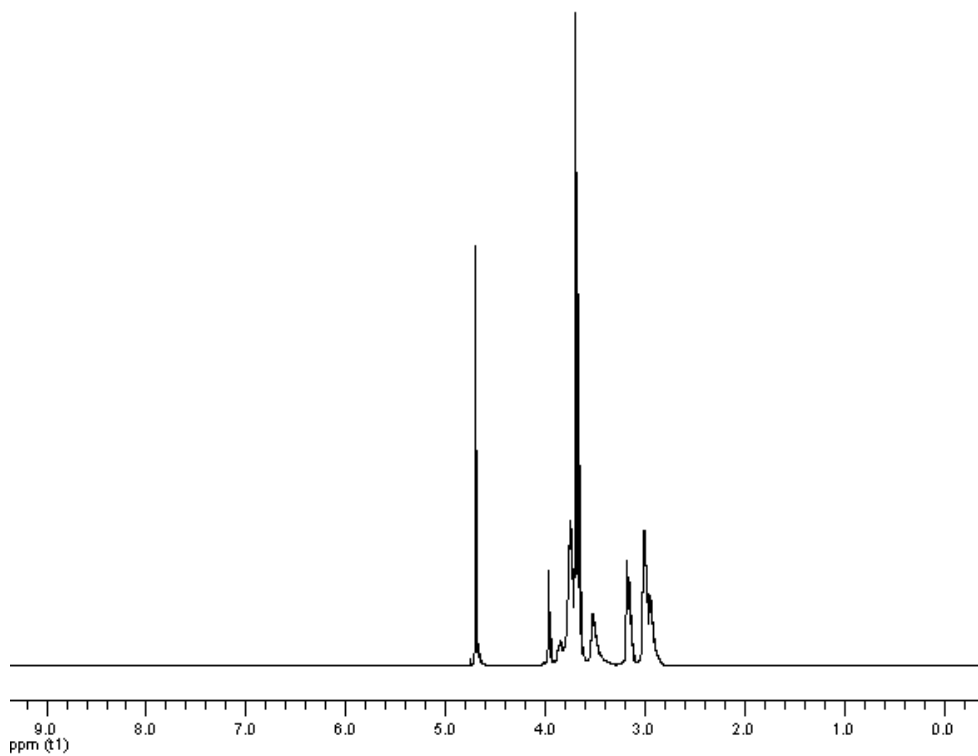
รูปที่ 14 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS



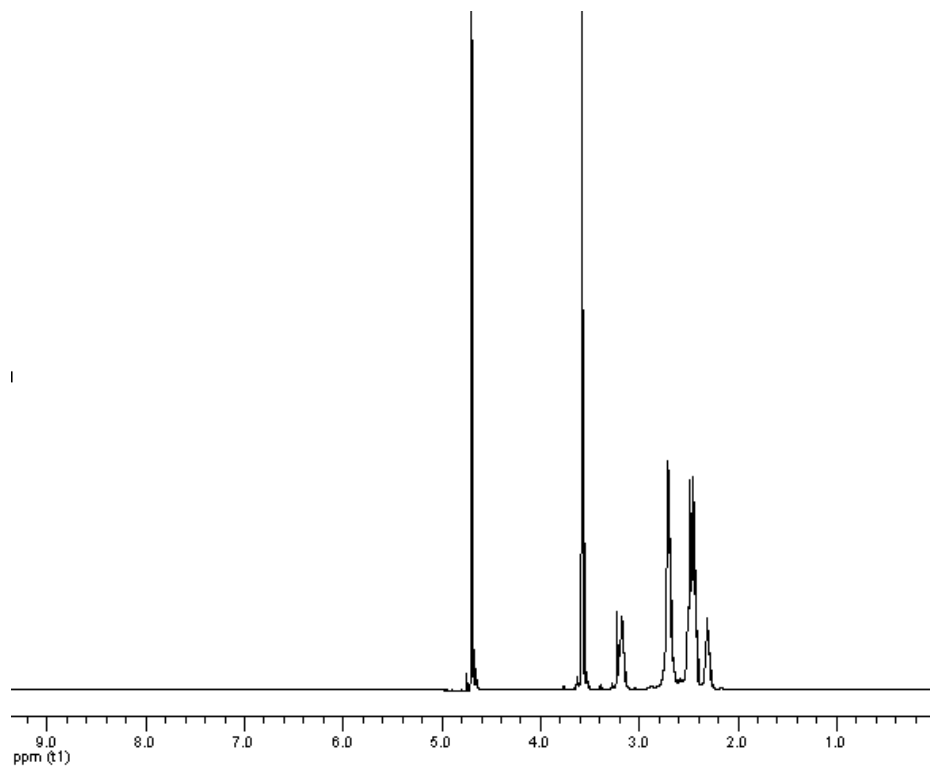
รูปที่ 15 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.(G1.5)PAMAM-CTS



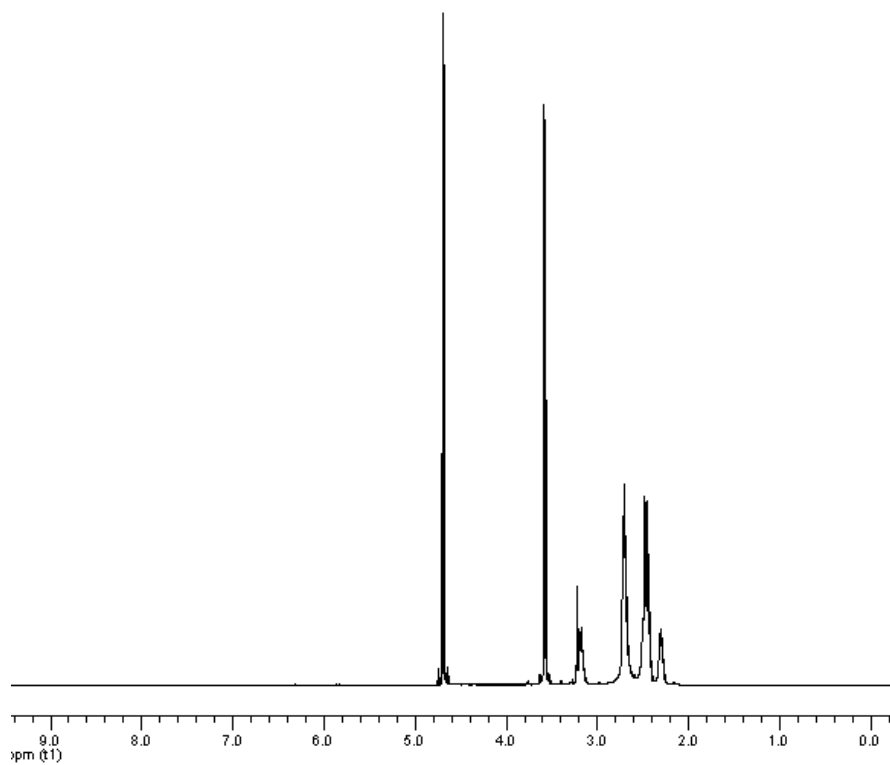
รูปที่ 16 ATR-FTIR สเปกตรัมของ cat.(G2.5)PAMAM-CTS



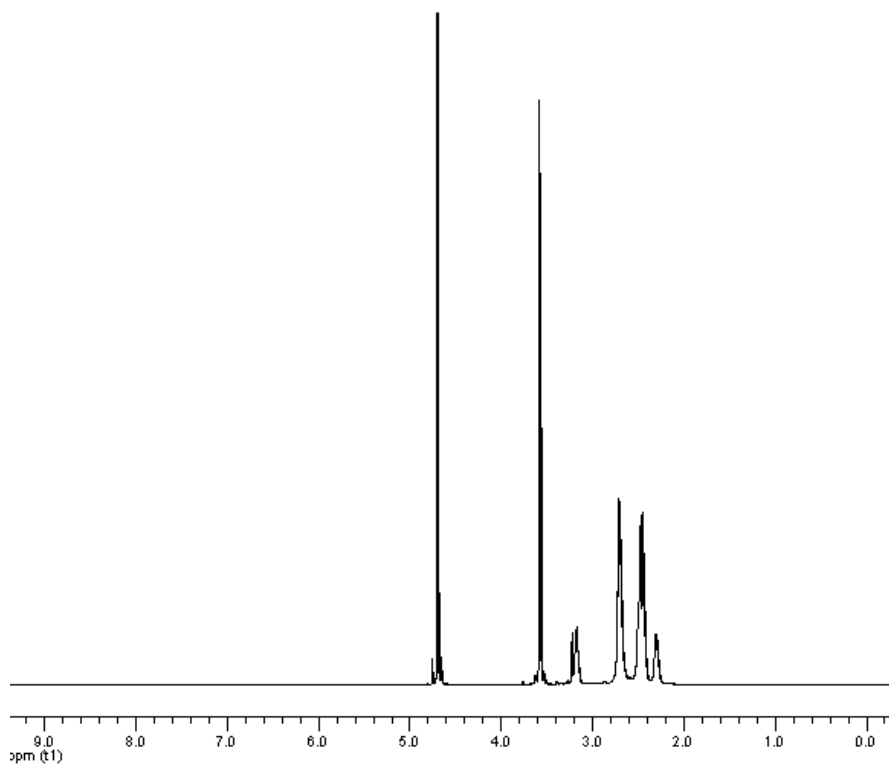
รูปที่ 17 ^1H NMR สเปกตรัมของ G-0.5PAMAM



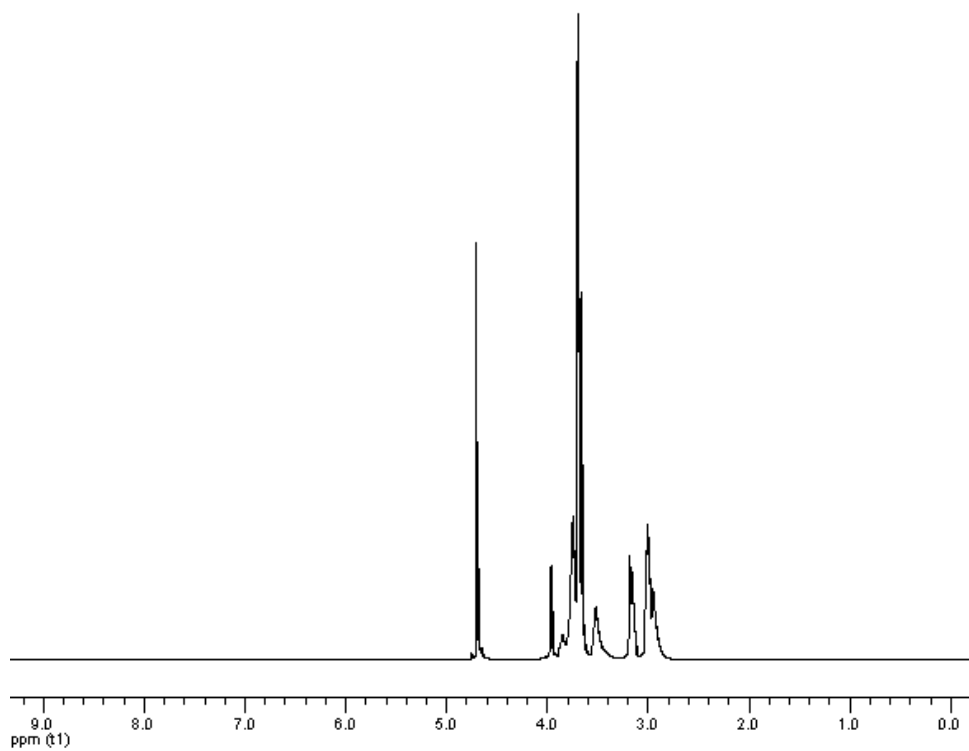
รูปที่ 18 ^1H NMR สเปกตรัมของ G0.5PAMAM



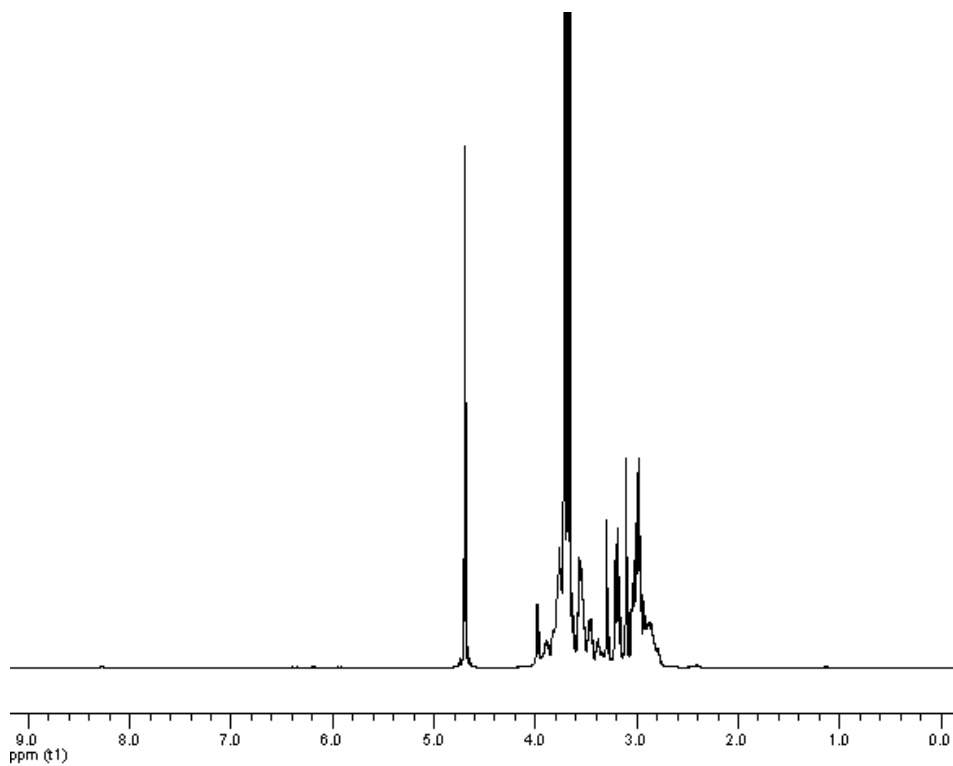
รูปที่ 19 ^1H NMR สเปกตรัมของ G1.5PAMAM



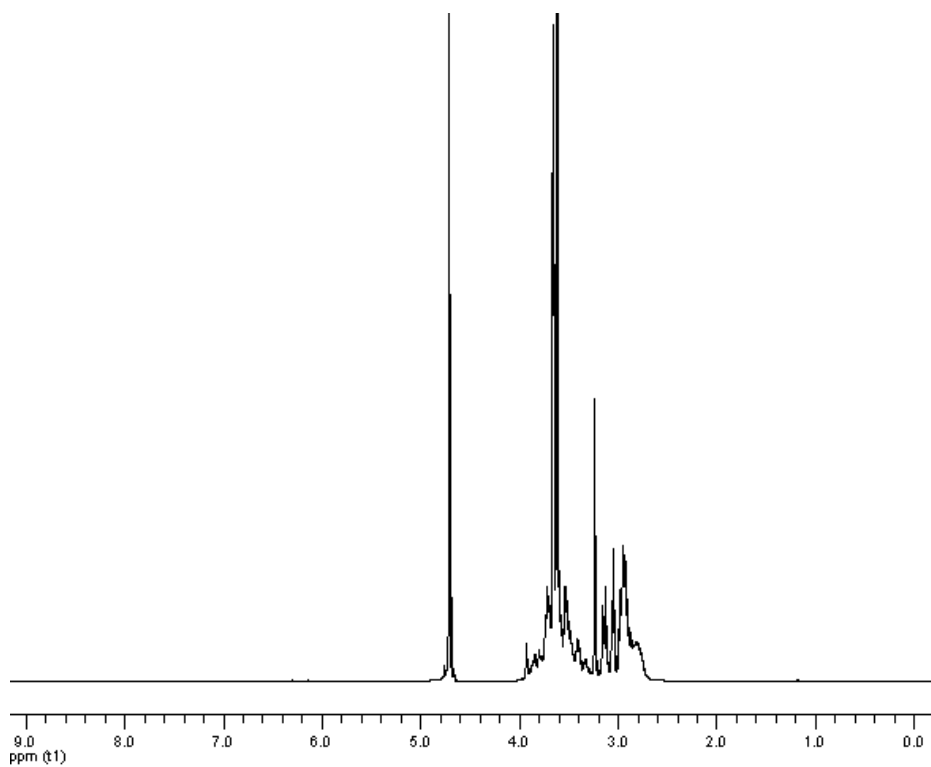
รูปที่ 20 ^1H NMR สเปกตรัมของ G2.5PAMAM



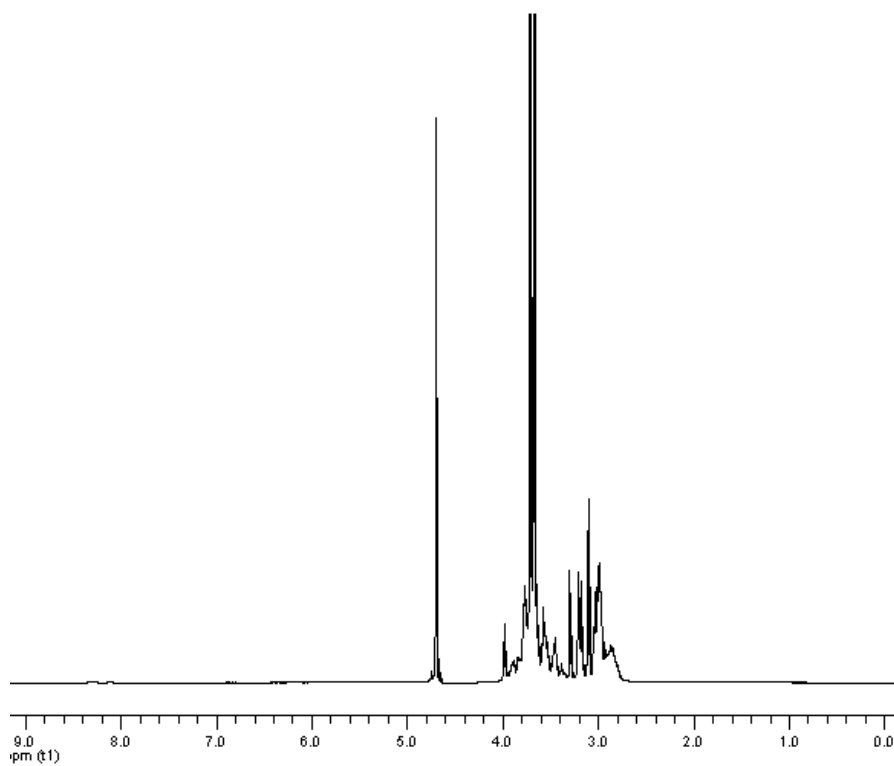
รูปที่ 21 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G-0.5)PAMAM



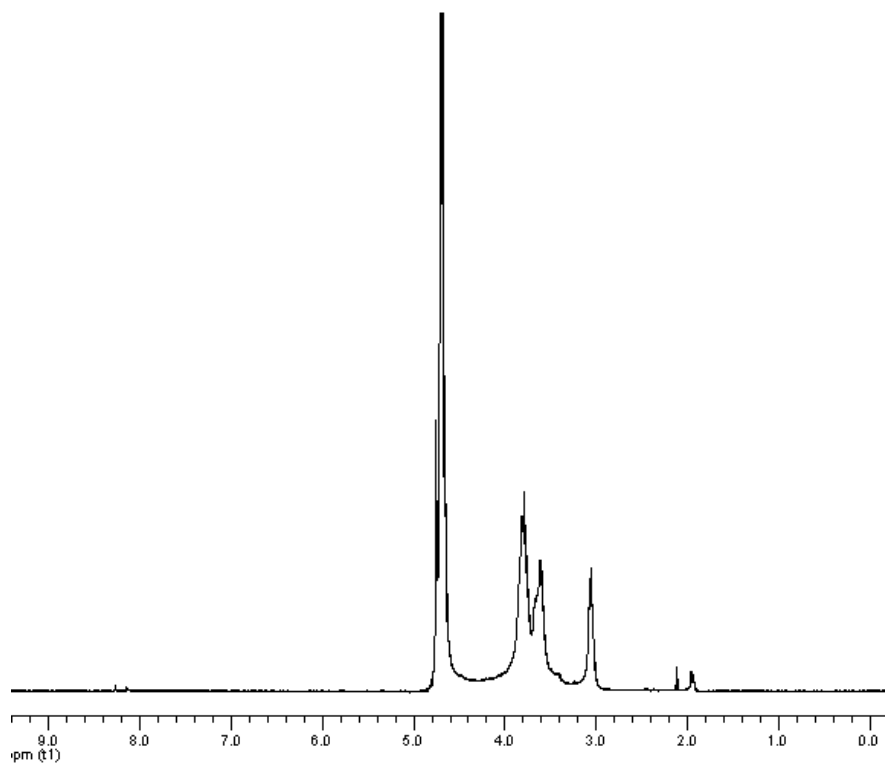
รูปที่ 22 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G0.5)PAMAM



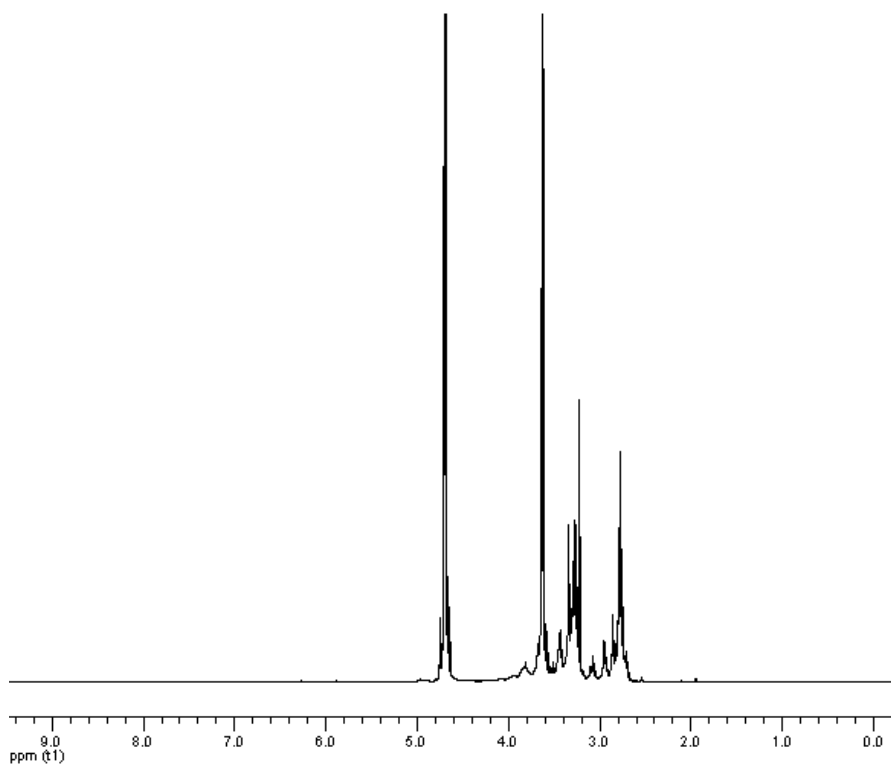
รูปที่ 23 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G1.5)PAMAM



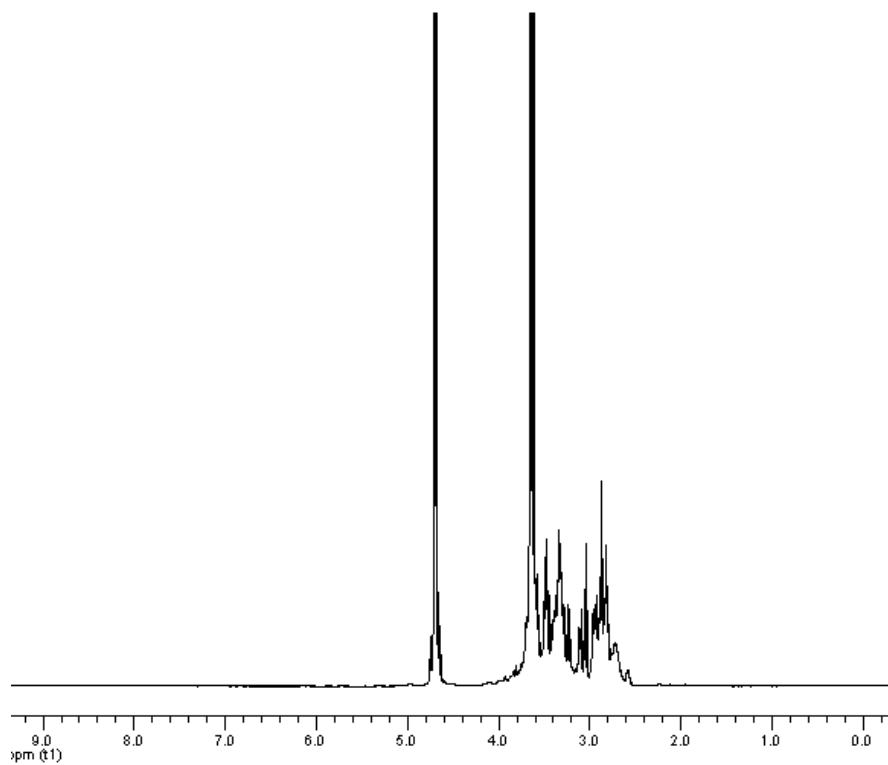
รูปที่ 24 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G2.5)PAMAM



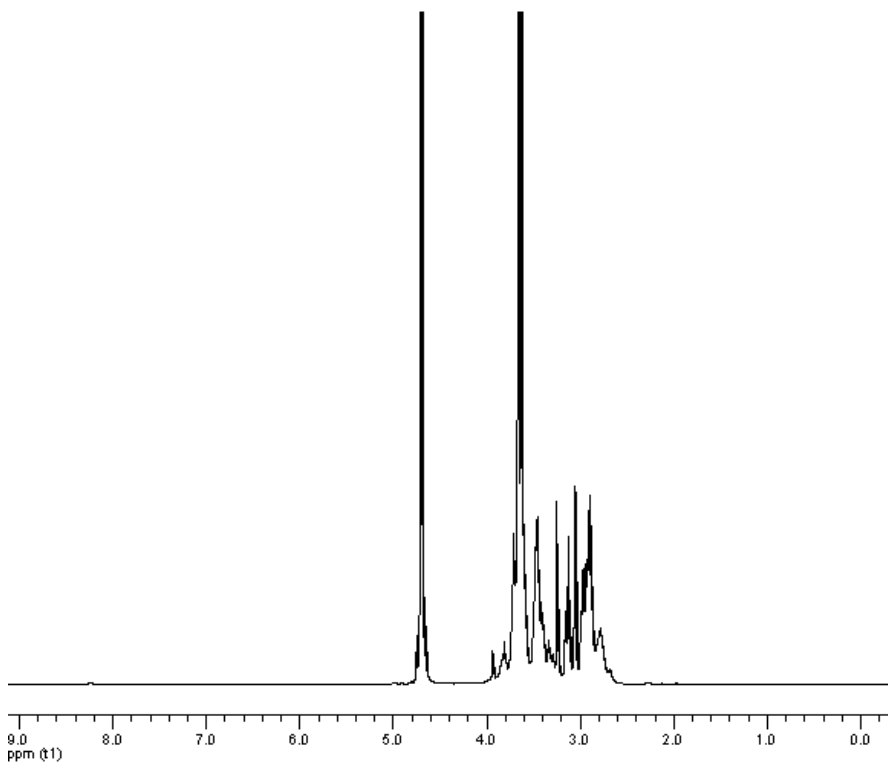
รูปที่ 25 ^1H NMR สเปกตรัมของ chitosan



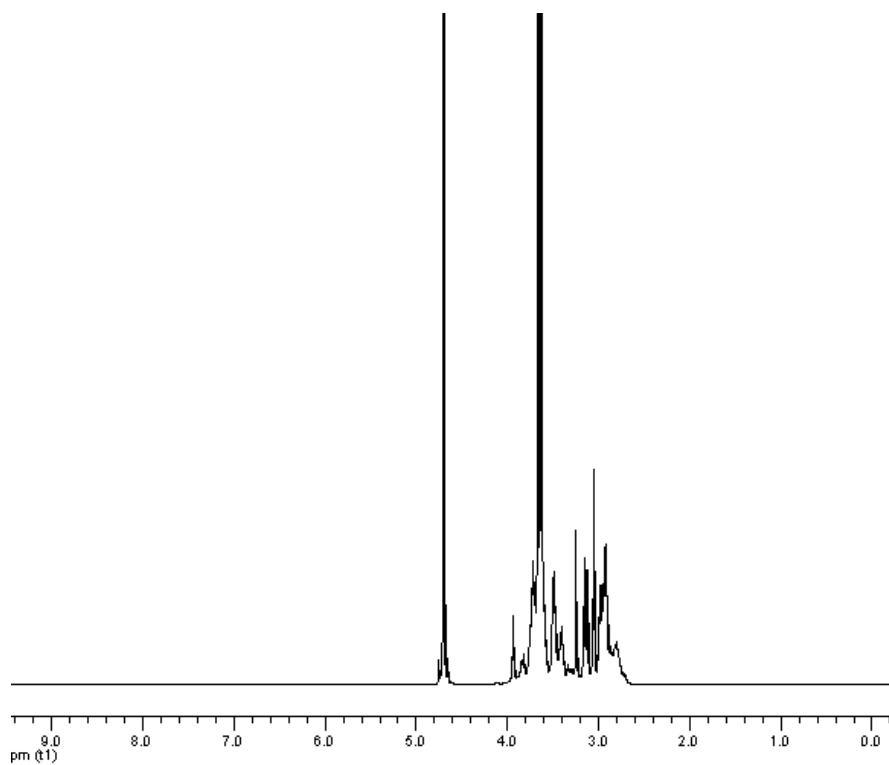
รูปที่ 26 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G-0.5)PAMAM-CTS



รูปที่ 27 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G0.5)PAMAM-CTS



รูปที่ 28 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G1.5)PAMAM-CTS



รูปที่ 29 ^1H NMR สเปกตรัมของ cat.(G2.5)PAMAM-CTS

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาว วิชชุดา ยั่งยืนกร เกิดเมื่อ วันที่ 24 มกราคม 2528 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีสิ่งทอ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ปีการศึกษา 2550 หลังจากนั้นได้ทำงานที่ บริษัท โคทส เทรด (ประเทศไทย) จำกัด และบริษัท ซาบีน่า ฟาร์อีสท์ จำกัด โดยทำงานในตำแหน่ง เจ้าหน้าที่ฝ่ายเทคนิคห้องแล็บ และเจ้าหน้าที่ฝ่ายเทคนิคด้านผ้า ตามลำดับ และได้ลาศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อภาคปลายปีการศึกษา 2552 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปี การศึกษา 2554